



SKRIPSI

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS  
NIKEL(II) DENGAN LIGAN N,N'-  
BIS(SALISILIDINA)-1,2-FENILENDIAMINA  
(SALOFEN)**

VENA ZULFIAH

NRP. 1413 100 039

Dosen Pembimbing :

Dr. Fahimah Martak, M.Si.

Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKAN DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2017



---

UNDERGRADUATE THESIS

**SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF NICKEL(II)  
COMPLEX WITH (N,N'- BIS(SALICYLIDENE)-1,2-  
PHENYLENEDIAMINE (SALOPHEN) LIGAND**

VENA ZULFIAH  
NRP. 1413 100 039

Advisor Lecturer :  
Dr. Fahimah Martak, M.Si  
Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

CHEMISTRY DEPARTEMENT  
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES  
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY  
SURABAYA  
2017

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS NIKEL(II)  
DENGAN LIGAN N,N'-BIS(SALISILIDINA)-1,2-  
FENILENDIAMINA (SALOFEN)**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk Memenuhi Salah satu Syarat Memperoleh  
Gelar Sarjana Sains  
pada  
Program Studi S-1 Departemen Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:  
**VENA ZULFIAH**  
NRP. 1413 100 039

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKAN DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2017**

## LEMBAR PENGESAHAN

### SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS NIKEL(II) DENGAN LIGAN N,N'-BIS(SALISILIDINA)-1,2- FENILENDIAMINA (SALOFEN)

#### SKRIPSI

Disusun oleh :

**VENA ZULFIAH**  
**NRP. 1413 100 039**

Surabaya, 25 Juli 2017

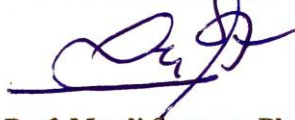
Menyetujui,

Dosen Pembimbing I



**Dr. Fahimah Martak, M.Si**  
**NIP. 19660703 199102 2 001**

Dosen Pembimbing II



**Prof. Mardi Santoso, Ph.D**  
**NIP. 19650131 198910 1 001**



Mengetahui,  
Kepala Departemen Kimia,  
  
**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc**  
**NIP. 19740616 199703 1 002**

# **SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS NIKEL(II) DENGAN LIGAN N,N'-BIS(SALISILIDINA)-1,2- FENILENDIAMINA (SALOFEN)**

Nama Mahasiswa : Vena Zulfiah  
NRP : 14113100039  
Departemen : Kimia ITS  
Dosen Pembimbing : Dr. Fahimah Martak, M.Si

## **Abstrak**

Bis(salisilidina)etilendiamina, salen, dilaporkan memiliki bioaktivitas yang baik. Bioaktivitas dari kompleks logam dengan ligan turunan salen memberikan hasil bahwa bioaktivitasnya lebih baik dalam bentuk kompleks daripada dalam bentuk ligan bebas. Sehubungan hal tersebut, pada penelitian ini dilakukan sintesis turunan salen hasil kondensasi o-fenilendiamin dengan salisilaldehida. Hasil sintesis selanjutnya dikomplekkan dengan logam nikel(II) untuk kemudian diuji toksisitasnya dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test*. Kompleks nikel(II) dengan ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen) telah berhasil disintesis dengan hasil kompleks berupa padatan merah bata dengan rendemen 64,71%. Hasil analisa SSA menunjukkan kadar ion Ni(II) dalam kompleks sebesar 14,65%. Hasil analisis TGA menunjukkan adanya kristal air dalam kompleks. Prediksi formula struktur senyawa kompleks yang terbentuk adalah  $[\text{Ni}(\text{salofen})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ , diperkuat dengan hasil massa molekul relatif senyawa kompleks sebesar 391,054 g/mol. Hasil uji toksisitas dengan metode BSLT memberikan nilai  $\text{LC}_{50}$  senyawa kompleks sebesar 303,22 ppm, bersifat tidak toksik.

***Kata Kunci: Sintesis, ligan salofen, kompleks Ni(II), uji toksisitas***

# **SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF NICKEL(II) COMPLEX WITH (N,N'- BIS(SALICYLIDENE)-1,2-PHENYLENEDIAMINE (SALOPHEN) LIGAND**

Nama Mahasiswa : Vena Zulfiah  
NRP : 14113100039  
Departemen : Kimia ITS  
Dosen Pembimbing : Dr. Fahimah Martak, M.Si

## **Abstract**

Bis(salicylidene)ethylenediamine, salen, is reported to have good bioactivity. The results of the biological screening of the ligands salen derived and their metal complexes demonstrated that the bioactivities of the chelated ligands increase as compared to the free ligands. According to the studies, in this research carried out reaction of o-phenylenediamine with salicylaldehyde. The results are further complexed with nickel(II) metal and then tested for toxicity uses Brine Shrimp Lethality Test method. Complex nickel(II) with N,N'-bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine ligand has been synthesized, the colour of complex is brick red (yield: 64,71%). AAS analysis shows nickel ions level in complexes of 14,65%. TGA results showed a crystal water in the complex. Prediction formula of compound structure of complex formed is  $[\text{Ni}(\text{salophen})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ , reinforced by the results of relative molecular mass of complex compounds is 391.054 g/mol. Toxicity test results with BSLT method gives  $\text{LC}_{50}$  value complexes of 303.22 ppm, is non toxic

**Keywords:** *Synthesis, salophen ligand, complex Ni(II), , toxicity test*

*Karya ini ku persembahkan kepada  
Ayah, Ibu dan Kakak tercinta,  
Teman-teman ANORTHITE serta  
Teman-Teman Laboratorium Kimia Bahan Alam & Sintesis  
tersayang*

## KATA PENGANTAR

*Alhamdulillahirobbil'alamin.* Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga naskah skripsi yang berjudul “Sintesis Dan Uji Toksisitas Kompleks Nikel (II) Dengan Ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen)” dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak, Untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Dr. Fahimah Martak, selaku dosen pembimbing sekaligus dosen wali yang selama ini telah memberikan bimbingan dan pengarahan baik selama proses penyelesaian naskah ini.
2. Prof. Mardi Santoso, Ph.D, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan saran yang baik selama proses penyelesaian naskah ini.
3. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc, selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Prof. Dr. Taslim Ersam, M.S, selaku Kepala Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis yang telah memberikan fasilitasnya sehingga pengerjaan tugas akhir ini dapat terselesaikan.
5. Ayah, Ibu dan Kakak yang selalu memberikan semangat, dukungan dan doa.
6. Irma dan Mega selaku teman tim penelitian senyawa kompleks dan teman-teman Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis,
7. Teman-teman Anorthite yang membantu dan memberikan semangat dalam pengerjaan Rancangan Tugas Akhir.



8. Semua pihak yang telah membantu, yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan dalam penulisan naskah ini. Oleh karena itu, saran dan kritik yang membangun sangat diharapkan untuk memperbaiki dan meningkatkan kualitas yang lebih baik. Semoga naskah ini dapat memberikan manfaat dan inspirasi bagi pembaca.

Surabaya, 20 Juli 2017

Penulis

## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN ....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
Abstrak .....	v
Abstract .....	vi
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR TABEL .....	xiiiv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiiiiv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Permasalahan .....	3
1.3 Tujuan .....	4
1.4 Manfaat .....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Senyawa Kompleks .....	5
2.2 Ligan basa schiff .....	5
2.3 Ligan               N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen) .....	6
2.4 Kompleks Ligan Salofen dengan Beberapa Logam Transisi .....	7
2.5 Kompleks Nikel(II) dengan Beberapa Turunan Basa Schiff. ....	8
2.6 Karakterisasi .....	8
2.6.1 Kromatografi Lapis Tipis .....	8
2.6.2 Spektrometer Inframerah (FTIR) .....	8
2.6.3 Spektrometer <sup>1</sup> H-NMR .....	10
2.7 Analisis .....	12

2.7.1 Spektrofotometer UV-Vis.....	12
2.7.2 Analisis Kadar Logam dengan Spektrofotometer Serapan Atom .....	13
2.7.3 Analisis SEM-EDX .....	13
2.7.4 Analisis Termogravimetri (TGA) .....	13
2.7.5 Spektroskopi Massa (ESI) .....	15
2.8 Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) .....	16
BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....	19
3.1 Alat dan Bahan.....	19
3.1.1 Alat .....	19
3.1.2 Bahan .....	19
3.2 Prosedur Penelitian.....	19
3.2.1 Ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina ....	19
3.2.1.1 Sintesis Ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina.....	19
3.2.1.2 Karakterisasi dengan Spektrometer <sup>1</sup> H-NMR ...	20
3.2.1.3 Karakterisasi dengan Spektrometer Inframerah	20
3.2.2 Kompleks Ni(II) dengan Ligan Salofen .....	21
3.2.2.1 Sintesis Kompleks Logam Nikel(II) dengan Ligan salofen .....	21
3.2.2.2 Analisis dengan Spektrofotometer UV-Visible	21
3.2.2.3 Analisis Kadar Logam dengan Spektrofotometer Serapan Atom.....	21
3.2.2.4 Karakterisasi dengan <i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX) .....	22
3.2.2.5 Karakterisasi dengan Spektrometer Inframerah (FTIR) .....	22

3.2.2.6 Analisis Termogravimetri (TGA).....	23
3.2.3 Uji Toksisitas Brine Shrimp Lethality (BSLT).....	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	25
4.1 Sintesis dan Karakterisasi Ligan.....	25
4.1.1 Sintesis Ligan .....	25
4.1.2 Karakterisasi ligan hasil sintesis .....	28
4.2 Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Ni(II) dengan Ligan Salofen.....	30
4.2.1 Sintesis Kompleks Ni(II) dengan Ligan Salofen ....	30
4.2.2 Analisis Spektrofotometer UV-Vis Kompleks Nikel (II) dengan Ligan Salofen .....	31
4.2.4 Karakterisasi dengan Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX).....	33
4.2.5 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan Spektrometer Inframerah (FTIR) .....	35
4.2.6 Analisis Termogravimetri (TGA) Kompleks Nikel(II) dengan Ligan Salofen .....	37
4.2.7 Analisis Massa Kompleks Nikel(II) dengan Ligan Salofen Menggunakan Spektrometer massa .....	38
4.3 Uji Toksisitas .....	39
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	43
5.1 Kesimpulan.....	43
5.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA .....	45
LAMPIRAN.....	50
BIODATA PENULIS .....	69

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina....	7
Gambar 2.2 Termogram kompleks logam Ni(II) dengan ligan salen(CH <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> (AAP) <sub>2</sub> .....	14
Gambar 4.1. Hasil pemantauan reaksi dengan KLT .....	26
Gambar 4.2. Hasil sintesis ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina .....	26
Gambar 4.3 Hasil uji kemurnian ligan hasil sintesis dengan KLT tiga eluen.....	27
Gambar 4.4 Hasil uji kemurnian ligan hasil sintesis dengan KLT 2 dimensi.....	27
Gambar 4.5 Spektrum <sup>1</sup> H-NMR ligan salofen .....	28
Gambar 4.6 Spektra FTIR ligan salofen .....	29
Gambar 4.7 Hasil sintesis kompleks nikel(II) dengan ligan salofen .....	31
Gambar 4.8 Spektra UV-Vis larutan logam, ligan dan kompleks .....	32
Gambar 4.9 Persebaran unsur dari hasil analisis SEM-EDX kompleks nikel(II) dengan ligan salofen .....	34
Gambar 4.10 Spektra FTIR kompleks nikel(II) dengan ligan salofen.....	36

Gambar 4.11 Termogram kompleks nikel(II) dengan ligan salofen ..... 37

Gambar 4.12 Spektra massa kompleks nikel(II) dengan ligan salofen ..... 39

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Data spektrum IR kompleks ligan salen dan kompleks nikel(II) dengan ligan turunan basa schiff .....	10
Tabel 2.2 Pergeseran kimia $^1\text{H-NMR}$ .....	11
Tabel 2.3 Data spektra dari salen dan $[\text{Ni}_2(\text{salen})(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 (\text{AA-P})_2]$ dalam pelarut DMSO.....	12
Tabel 2.4 Ion-ion molekul yang umumnya terbentuk pada spektrometer massa (ESI) .....	16
Tabel 4.1 Perbandingan data $^1\text{H NMR}$ ligan salofen hasil sintesis dengan hasil Bella <i>et al.</i> (1997).....	29
Tabel 4.2 Hasil perbandingan data FTIR ligan hasil sintesis dengan hasil Gaballa (2013).....	30
Tabel 4.3 Persentase kadar Ni(II) hasil perhitungan.....	33
Tabel 4.4 Analisis jumlah atom yang teridentifikasi oleh SEM-EDX .....	35
Tabel 4.5 Hasil perbandingan data FTIR kompleks hasil sintesis dengan hasil Khalaji <i>et al.</i> (2014).....	36
Tabel 4.6 Hasil uji toksisitas ligan salofen .....	40
Tabel 4.7 Hasil uji toksisitas kompleks $[\text{Ni}(\text{salofen})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ .....	41

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A .....	51
LAMPIRAN B .....	54
LAMPIRAN C .....	56
LAMPIRAN D .....	57
LAMPIRAN E .....	59
LAMPIRAN F.....	63
LAMPIRAN G .....	66
LAMPIRAN H.....	67
LAMPIRAN I.....	68



**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Basa schiff adalah senyawa yang mengandung gugus azometin ( $\text{-HC=N-}$ ), merupakan produk kondensasi dari keton atau aldehida dengan amina primer dan pertama kali dilaporkan oleh Hugo Sciff pada tahun 1864. Senyawa basa Schiff diketahui memiliki aplikasi yang luas dalam bidang farmasi, antibakteri, reagen antikanker, kegiatan industri dan penggunaan analitis. Basa schiff juga bisa diartikan sebagai analog nitrogen dari sebuah aldehida atau keton dimana gugus  $\text{C=O}$  digantikan oleh gugus  $\text{C=N-R}$ . Hal ini biasanya terbentuk karena kondensasi dari sebuah aldehida atau keton dengan amina primer (Xavier & Shrividhya, 2014). Dalam basa schiff, azometin nitrogen dan atom donor lainnya seperti oksigen berperan penting dalam kimia koordinasi. Ligan pengkhelat yang mengandung atom donor N dan O menunjukkan aktivitas biologis yang luas (De Toledo *et al.*, 2016).

Salen atau bis(salisilidina)etilendiamina merupakan salah satu contoh basa schiff, diketahui memiliki empat sisi koordinasi yaitu atom oksigen dari gugus OH terionisasi dan atom nitrogen dari gugus azometin  $\text{C=N}$  (Gaballa, 2013). Salah satu turunan salen yaitu salofen atau  $\text{N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina}$  juga memiliki empat sisi koordinasi. Pada salofen terdapat interaksi intra-molekular  $\text{O-H}\cdots\text{N}$ . Salofen memiliki gugus aromatik yang terikat dengan atom karbon imina, dengan heteroatom pada posisi orto. Nitrogen imina bersama dengan heteroatom dapat membentuk 6 cincin khelat yang stabil dengan berbagai ion logam (Clarke & Storr, 2014). Uji aktikvitas biologis

salofen menunjukkan bahwa salofen dapat digunakan untuk *adjuvant* pada terapi antibiotik *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. Adanya gugus azometin dan hidroksil dalam molekul mampu meningkatkan bioaktivitas salofen (De Toledo *et al.*, 2016).

Karakteristik basa schiff memiliki sisi koordinasi mampu membentuk kompleks stabil dengan ion logam. Penelitian kompleks logam dengan ligan basa schiff terus menerus dilakukan untuk aplikasi berbagai bidang seperti industri, katalisis dan farmasi (Pradhan & Kumar, 2015). Nikel merupakan salah satu logam transisi yang sering digunakan sebagai ion logam pada senyawa kompleks. Konfigurasi  $d^8$  nya memungkinkan nikel memiliki banyak ligan yang terkait dengannya. Penelitian mengenai bioaktivitas kompleks logam nikel(II) dengan ligan turunan basa schiff menunjukkan aktivitas anti-jamur, selain itu bioaktivitasnya juga lebih baik dalam bentuk kompleks daripada dalam bentuk ligan bebas (Akila *et al.*, 2012). Kompleks nikel(II) dengan ligan basa schiff turunan dari salisilaldehida dan o-asam asmino benzoat memberikan aktivitas biologis yang baik. Hasil evaluasi aktivitas anti-bakteri menunjukkan kompleks hasil sintesis aktif terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dan gram negative, *Klebsiella Pseudomonas* dan *E. coli*. (Morad *et al.*, 2007). Kompleks logam nikel(II) dengan ligan basa schiff heterosiklik juga menunjukkan aktivitas anti-bakteri terhadap beberapa bakteri seperti *Pseudomonas aeruginosa* dan *Staphylococcus aureus* (Kumar & Chaudhary, 2010).

Kompleks Co(II), Cu(II), Ni(II), Zn(II) dan Mn(II) dengan ligan turunan basa schiff dari o-phthalaldehida dan asam amino menunjukkan aktivitas *antimicrobial*. Kompleks Cu(II) dan Ni(II) menunjukkan hambatan terhadap semua mikroorganisme yang

dipelajari. Ligan dengan sistem donor N dan O telah menghambat produksi enzim, karena enzim memerlukan gugus hidroksil bebas untuk aktivitasnya, tampaknya enzim sangat rentan terhadap penonaktifan oleh ion yang kompleks. Kompleks memfasilitasi difusi bakteri melalui lapisan lemak dari membran ke sisi aktif kemudian membunuh mereka dengan menggabungkan gugus OH dari enzim sel tertentu (Neelakantan *et al.*, 2008).

Dari uraian diatas mengenai aktivitas biologis basa schiff salofen dan kompleks nikel dengan beberapa ligan basa schiff, memungkinkan dilakukan sintesis kompleks nikel(II) dengan ligan salofen untuk kemudian diuji aktivitas antikanker. Pada penelitian ini dilakukan uji toksisitas menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* sebagai skrinning awal aktivitas antikanker suatu senyawa. Metode ini merujuk pada tingkat kematian larva udang *Artemia Salina*, hasil yang diperoleh dihitung sebagai nilai LC<sub>50</sub> yang merupakan konsentrasi senyawa uji yang dapat menyebabkan kematian larva udang sejumlah 50%.

## **1.2 Permasalahan**

Permasalahan yang dibahas pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana hasil ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen) yang disintesis dari senyawa o-fenilendiamin dan salisilaldehida?
2. Bagaimana hasil kompleks nikel(II) yang disintesis dari sumber ion logam NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dengan ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen)?
3. Bagaimana hasil toksisitas kedua senyawa tersebut terhadap larva udang *Artemia salina*?

### **1.3 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mendapatkan ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen) yang disintesis dari senyawa o-fenilendiamin dan salisilaldehida.
2. Untuk mendapatkan ligan kompleks nikel(II) yang disintesis dari sumber ion logam  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen).
3. Untuk mendapatkan hasil toksisitas kedua senyawa tersebut terhadap larva udang *Artemia salina*.

### **1.4 Manfaat**

Hasil penelitian ini diharapkan memberikan kontribusi bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya pada bidang sintesis senyawa kompleks dan uji toksisitas dari kompleks yang dihasilkan.

## BAB II

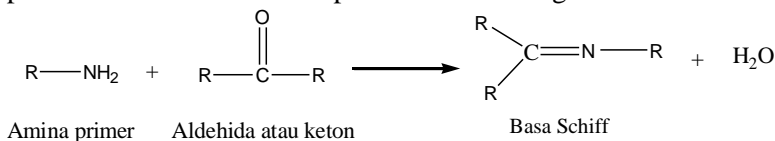
### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks dapat didefinisikan sebagai sebuah atom atau ion logam pusat yang dikelilingi oleh serangkaian ligan. Ligan merupakan ion atau molekul independen. Contoh senyawa kompleks adalah  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ . Ion  $\text{Co}^{3+}$  dikelilingi oleh enam buah ligan  $\text{NH}_3$ . Pada umumnya digunakan istilah senyawa koordinasi untuk senyawa kompleks netral maupun ionik yang memiliki sedikitnya satu ion kompleks. Senyawa kompleks juga dapat diartikan sebagai kombinasi asam lewis dan basa lewis. Ion atau atom logam pusat disebut sebagai asam lewis karena menerima pasangan elektron bebas dari basa lewis (ligan). Sebaliknya, ligan disebut basa lewis karena dapat memberikan pasangan elektron bebas dari ion atau atom logam pusat. Atom pusat dan ligan terikat secara kovalen koordinasi (Atkins, 2010)

#### 2.2 Ligan basa schiff

Basa Schiff adalah senyawa yang mengandung gugus azometin ( $-\text{HC}=\text{N}-$ ), merupakan produk kondensasi dari keton atau aldehida dengan amina primer dan pertama kali dilaporkan oleh Hugo Schiff pada tahun 1864. Secara umum reaksi pembentukan basa schiff dapat dituliskan sebagai berikut:



Dimana R, bisa jadi merupakan suatu gugus alkil atau gugus aril.

Ligan basa schiff yang mengandung substituen aril kebanyakan bersifat lebih stabil dan lebih mudah disintesis, sedangkan Ligan basa schiff yang mengandung substituen alkil relatif tidak stabil. Basa schiff dari aldehida alifatik relatif tidak stabil dan lebih mudah terpolimerisasi sedangkan Ligan basa schiff dari aldehida aromatik yang memiliki konjugasi efektif bersifat lebih stabil. Pembentukan basa schiff dari aldehid atau keton merupakan reaksi yang *reversible* dan umumnya berlangsung dengan katalis asam atau basa, atau dalam pemanasan. Proses pembentukan umumnya penyelesaian dengan terpisahnya produk atau hilangnya air, atau keduanya. Beberapa basa Schiff bisa di hidrolisis kembali menjadi aldehid atau keton dan amina dengan *aqueous* asam atau basa (Xavier & Shrividhya, 2014).

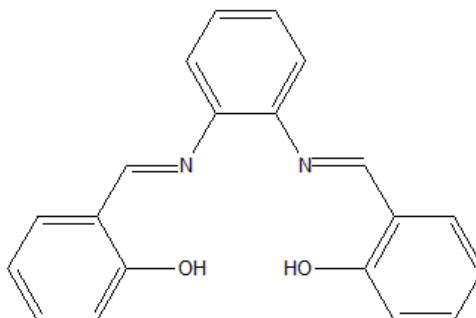
### **2.3 Ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen)**

Salen atau bis(salisilidina)etilendiamina merupakan salah satu contoh basa schiff. Salen diketahui memiliki empat sisi koordinasi yaitu atom oksigen dari gugus OH terionisasi dan atom nitrogen dari gugus azometin C=N (Gaballa, 2013). Salah satu turunan salen yaitu salofen atau N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina juga memiliki empat sisi koordinasi. Salofen memiliki gugus aromatik yang terikat dengan atom karbon imina, dengan heteroatom pada posisi orto. Nitrogen imina bersama dengan heteroatom dapat membentuk 6 cincin khelat yang stabil dengan berbagai ion logam (Clarke & Storr, 2014). Struktur kimia N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina atau salofen dapat dilihat pada Gambar 2.1 (Gaballa, 2013).

Uji aktivitas biologis salofen menunjukkan bahwa salofen dapat digunakan untuk *adjuvant* pada terapi antibiotik



*Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* (De Toledo *et al.*, 2016). Gugus azometin (C=N) dalam salofen berperan penting dalam menguraikan mekanisme dari reaksi *transamination* (transfer gugus amino dari satu molekul ke molekul yang lain) dalam sistem biologis (Lau *et al.*, 1999). Sisi koordinasi yang dimiliki oleh salofen memungkinkannya untuk berikatan dengan ion logam membentuk kompleks. Penelitian mengenai anti-inflamasi dan antibakteri dari kompleks logam dengan ligan turunan salen memberikan hasil bahwa kompleks tersebut aktif anti-jamur, selain itu bioaktivitasnya juga lebih baik dalam bentuk kompleks daripada dalam bentuk ligan bebas (Akila *et al.*, 2012)



Gambar 2.1 Struktur N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen)

## 2.4 Kompleks Ligan Salofen dengan Beberapa Logam Transisi.

Karakteristik salofen yang memiliki sisi koordinasi berpotensi mampu membentuk kompleks stabil dengan ion logam. Kompleks logam dengan ligan salofen telah banyak dipelajari untuk aplikasinya dalam berbagai bidang seperti bidang dan farmasi. Sintesis kompleks bismut(III) dengan ligan salofen

menghasilkan senyawa kompleks bismut(III) yang non-toksik, dan secara selektif mengkatalisis oksidasi sulfida menjadi bentuk sulfoksidanya dalam waktu yang sangat singkat dan memberikan hasil yang banyak (Tajgardoona *et al.*, 2012). Kompleks logam transisi dengan ligan salofen tersubstitusi menunjukkan aktivitas anti-tuberkulosis yang baik terutama pada kompleks Co(II) dan Zn(II) (Patil *et al.*, 2016)

## **2.5 Kompleks Nikel(II) dengan Beberapa Turunan Basa Schiff.**

Kompleks nikel(II) dengan ligan salofen yang disintesis melalui metode *solid state* dipanaskan pada suhu 550°C menghasilkan material NiO nanopartikel berdiameter 35 dan 70 nm (Khalaji, 2016). Sintesis kompleks logam nikel(II) dengan ligan turunan basa schiff hasil kondensasi asetoasetanilida dengan furfuraldehida menunjukkan aktivitas anti-jamur, selain itu bioaktivitasnya juga lebih baik dalam bentuk kompleks daripada dalam bentuk ligan bebas (Akila *et al.*, 2012). Kompleks logam nikel(II) dengan ligan basa schiff heterosiklik juga menunjukkan aktivitas anti-bakteri terhadap beberapa bakteri seperti *Pseudomonas aeruginosa* dan *Staphylococcus aureus* (Kumar & Chaudhary, 2010).

## **2.6 Karakterisasi**

### **2.6.1 Kromatografi Lapis Tipis**

Kromatografi adalah teknik pemisahan campuran didasarkan atas perbedaan distribusi dan komponen-komponen campuran tersebut diantara dua fase, yaitu fasa diam yang berfungsi sebagai adsorben dan fasa gerak berupa pelarut yang berfungsi membawa senyawa dengan kepolaran yang sama (Ibnu & Abdul, 2008). Kromatografi lapis tipis (KLT) menggunakan lapisan lempeng aluminium yang dilapisi adsorben seperti silika

gel sebagai media pemisahan, dan eluen sebagai fasa gerak. Identifikasi senyawa-senyawa yang terpisah menggunakan KLT didasarkan nilai  $R_f$  (Reterdiition factor). Eluen akan membawa senyawa ke bagian atas plat yang ditandai munculnya noda-noda. Munculnya noda tunggal menunjukkan bahwa senyawa sudah murni (Underwood, 2001).

### **2.6.2 Spektrometer Inframerah (FTIR)**

Karakterisasi dengan spektrometer FTIR berguna untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dari senyawa kompleks. Pengukuran dilakukan dengan pembuatan pellet, kemudian pellet diukur spektranya pada bilangan gelombang  $4000-400\text{cm}^{-1}$ . Metode analisisnya berdasarkan pada interaksi gelombang elektromagnetik pada daerah inframerah dengan materi berupa serapan dan frekuensi atau panjang gelombang tertentu yang berhubungan dengan keadaan energi transisi antar tingkat vibrasi-rotasi molekul. Semua molekul mempunyai sejumlah energi tertentu yang didistribusikan melalui struktur mereka, menyebabkan ikatan-ikatan mereka merenggang dan berkontraksi. Suatu molekul apabila disinari dengan gelombang inframerah pada frekuensi yang sesuai, molekul yang bervibrasi akan menyerap energi dari gelombang inframerah tersebut. Masing-masing frekuensi yang diserap molekul akan sesuai dengan gerak molekul tersebut. Dengan menginterpretasikan gerak tersebut, dapat diketahui jenis ikatan (gugus fungsi) yang terdapat dalam suatu molekul (McMurry, 2010).

Hasil karakterisasi FTIR dari ligan salen dan kompleks Ni(II) dengan ligan turunan basa schiff memberikan data bilangan gelombang yang dapat dihubungkan dengan gugus fungsi yang terdapat pada sampel. Data spektra IR dan gugus fungsinya dirangkum dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Data spektrum IR ligan salen dan kompleks nikel(II) dengan ligan turunan basa schiff

Rumus Molekul	$\nu$ OH ( $\text{cm}^{-1}$ )	$\nu$ C=N ( $\text{cm}^{-1}$ )	$\nu$ C=C ( $\text{cm}^{-1}$ )	$\nu$ M-N ( $\text{cm}^{-1}$ )	$\nu$ M-O ( $\text{cm}^{-1}$ )
Ligan Bis(salisilidi- na)etilendiamina (salen) (Gaballa, 2013)	3427	3427	1501	-	-
Kompleks nikel(II) dengan ligan turunan basa schiff (Khalaji <i>et al.</i> , 2014)	3372	1606	1528	463	524

### 2.6.3 Spektrometer $^1\text{H}$ -NMR

*Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) merupakan metode spektroskopi yang sering digunakan dalam identifikasi struktur senyawa organik. Senyawa dengan proton atau karbon yang ditempatkan dalam medan magnet kuat dan diradiasi menggunakan energi elektromagnetik pada frekuensi yang tepat akan menyebabkan inti senyawa tersebut menyerap energi melalui proses resonansi magnetik. Sinyal yang terdeteksi di sebelah kiri dinamakan *downfield*, sedangkan yang terdeteksi di sebelah kanan disebut *upfield*.  $^1\text{H}$  NMR memberikan informasi tentang tetangga proton, jenis proton, jumlah proton, dan lingkungan proton. Jumlah sinyal yang muncul menunjukkan jenis proton dengan lingkungan yang berbeda. Jumlah tetangga proton pada senyawa dijelaskan dengan adanya multiplisitas. Setiap proton mempunyai pergeseran kimia ( $\delta$ ). Pergeseran kimia merupakan perbandingan perubahan frekuensi terhadap frekuensi frekuensi senyawa standar

tetrametilsilat (TMS) dan dinyatakan dalam satuan ppm. Data pergeseran kimia  $^1\text{H-NMR}$  dirangkum dalam Tabel 2.2.

Pemisahan spin – spin juga memberikan banyak informasi mengenai struktur molekul suatu senyawa. Pemisahan spin – spin terjadi akibat perbedaan lingkungan magnet yang ditimbulkan oleh proton tetangganya (McMurry, 2010).

Tabel 2.2 Pergeseran kimia  $^1\text{H-NMR}$

Jenis proton	Pergeseran kimia ( $\delta$ , ppm)
1° Alkil, $\text{RCH}_3$	0,8-1,2
2° Alkil, $\text{RCH}_2\text{R}$	1,2-1,5
3° Alkil, $\text{R}_3\text{CH}$	1,4-1,8
Keton, $\text{R}\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\parallel}}\text{CCH}_3$	2,1-2,6
Benzilik, $\text{ArCH}_3$	2,2-2,5
Alkil Iodida, $\text{RCH}_2\text{I}$	3,1-3,3
Eter, $\text{ROCH}_2\text{R}$	3,3-3,9
Alkohol, $\text{HOCH}_2\text{R}$	3,3-4,0
Alkil bromide, $\text{RCH}_2\text{Br}$	3,4-3,6
Alkil Klorida, $\text{RCH}_2\text{Cl}$	3,6-3,8
Aromatik, $\text{ArH}$	6,0-8,5
Alkohol hidroksil, $\text{ROH}$	0,5-6,0 <sup>a</sup>
Amino, $\text{R-NH}_2$	2,0-5,0 <sup>a</sup>
Fenolik, $\text{ArOH}$	4,5-7,7 <sup>a</sup>
Aldehida, $\text{R}\overset{\text{H}}{\underset{\text{O}}{\parallel}}\text{C}$ , $\text{RCO}\overset{\text{H}}{\underset{\text{O}}{\parallel}}\text{C}$	9,5-10,5
Karboksiklik, $\text{R}\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\parallel}}\text{C}$ , $\text{RCO}\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\parallel}}\text{C}$	10-13 <sup>a</sup>

<sup>a</sup>Pergeseran kimia dari proton beragam dalam pelarut, suhu dan konsentrasi yang berbeda.

(Solomon, 2010)

Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  untuk senyawa salofen telah dilaporkan. Data  $^1\text{H-NMR}$  (250MHz,  $\text{DMSO-}d_6$ ) menunjukkan pergeseran kimia ( $\delta_{\text{H}}$ ) pada 6.9-7.0 (m, 4H, Ph), 7.3-7.6 (m, 8H, Ph), 8.85 (s, 2H,  $\text{CH=N}$ ), 13.02 (br, s, 2H, OH) (Bella *et al.*, 1997)

## 2.7 Analisis

### 2.7.1 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan teknik pengamatan radiasi elektromagnetik dengan menggunakan spektrum UV dan daerah tampak atau biasanya disebut spektroskopi elektronik karena membutuhkan energi yang cukup tinggi untuk melakukan eksitasi electron (Atkins, 2010). Serapan radiasi UV-Vis terjadi karena adanya transfer energi dari sinar radiasi untuk elektron, sehingga menyebabkan electron tereksitasi ke orbital yang lebih tinggi. Transisi yang paling mungkin terjadi yaitu transisi pada tingkat energi tertinggi (HOMO) ke orbital molekul yang kosong pada tingkat terendah (LUMO). Pada sebagian besar molekul, orbital molekul terisi pada tingkat energi terendah adalah orbital  $\sigma$  yang berhubungan dengan ikatan  $\sigma$ , sedangkan orbital  $\pi$  berada pada tingkat energi lebih tinggi (Pavia *et al.*, 2001). Analisis UV-Vis pada kompleks Ni(II) dengan ligan salen( $\text{CH}_3\text{CO}_2$ )<sub>2</sub>(AAP)<sub>2</sub> dirangkum pada Tabel 2.3

Tabel 2.3 Data spektra dari salen dan  $[\text{Ni}_2(\text{salen})(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2(\text{AAP})_2]$  dalam pelarut DMSO

Senyawa	$\lambda_{\text{maks}}$ (nm)		
	$\pi \rightarrow \pi^*$	$n \rightarrow \pi^*$	$\pi^* \rightarrow d$
salen	269, 295	330	
$\text{Ni}_2\text{salen}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2(\text{AAP})$	286,302		351

(Gaballa, 2013)

### **2.7.2 Analisis Kadar Logam dengan Spektrofotometer Serapan Atom**

Prinsip yang digunakan pada spektrofotometri serapan atom yaitu larutan cuplikan disalurkan dan kemudian dibakar dengan api sehingga cuplikan berubah menjadi gas atom atomnya. Api tersebut akan mengandung atom-atom dari cuplikan. Beberapa atom akan tereksitasi dan beberapa lainnya tetap berada pada *ground state*. Atom-atom pada keadaan *ground state* inidapat menyerap radiasi dengan panjang gelombang tertentu yang dihasilkan oleh sumber sinar. Panjang gelombang yang diberikan sama dengan panjang gelombang yang diserap atom dalam api. Instrumen spektrofotometer ini menggunakan prinsip absorbansi yang mengikuti hukum Beer. Komponen utama yang terdapat pada alat ini yaitu sumber sinar, sumber api, sebuah monokromator dan sebuah detektor. Sumber api terletak diantara sumber sinar dan monokromator (Christian, 2004)

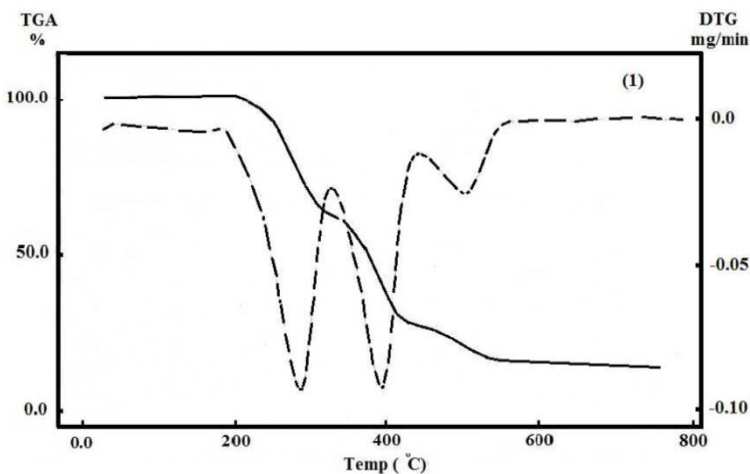
### **2.7.3 Analisis SEM-EDX**

*Scanning Electron Microscopy* merupakan mikroskop yang mengganti fungsi cahaya dengan electron. Prinsip kerja SEM yaitu berkas elektron dilewatkan pada permukaan sampel dan disinkronkan dengan berkas sinar dari tabung katoda. Pancaran elektron tersebut menghasilkan sinyal yang memodulasi berkas sehingga menghasilkan gambar. Karakterisasi SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan suatu sampel padat. Sedangkan *Energy Dispersive X-Ray* merupakan teknik yang digunakan untuk mengetahui komposisi unsur tanpa meleburkan sampel (Prasetyoko *et al.*, 2016)

### **2.7.4 Analisis Termogravimetri (TGA)**

Analisis *thermal* adalah analisis dari perubahan sifat sampel yang dikenai panas. Sampel biasanya sebuah padatan dan

perubahan yang terjadi meliputi peleburan, transisi fasa, sublimasi dan dekomposisi. Analisis dari perubahan massa sampel dalam pemanasan dikenal sebagai analisis termogravimetri (Atkins, 2010). Prinsip dari analisis termogravimetri yaitu pengurangan berat cuplikan sebagai fungsi temperatur atau waktu saat dipanaskan. Ketika proses pemanasan terjadi, pada temperatur tertentu akan terjadi dekomposisi senyawa cuplikan. Spesi dari senyawa yang terdekomposisi dapat diketahui dari perbandingan antara berat cuplikan pada temperatur tersebut dengan berat senyawa awal. Hasil dari analisis ini berupa termogram atau kurva dekomposisi termal yang biasanya disertai dengan kurva turunan pertama termogram terhadap waktu atau disebut juga dengan kurva DTG (*Differential Thermal Gravimetri*) (Sari, 2013). Termogram kompleks nikel(II) dengan ligan salen(CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(AAP)<sub>2</sub> Gaballa (2013) ditunjukkan oleh Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Termogram kompleks logam Ni(II) dengan ligan salen(CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(AAP)<sub>2</sub>



Kompleks  $\text{Ni}_2\text{salen}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2(\text{AAP})_2$  mengalami tiga tahap dekomposisi pada suhu 250-550 °C. Dekomposisi pertama dimulai dengan hilangnya massa sebesar 31,00% pada suhu 287°C, dihubungkan dengan hilangnya salen (terhitung 32,87%). Dekomposisi kedua pada suhu maksimum 395°C, dihubungkan dengan hilangnya  $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_6\text{O}_2$  dari dua molekul AAP terkoordinasi. Total massa hilang yang dihubungkan pada dekomposisi ini adalah 43,00% dengan nilai yang dihitung 42,50%. Penurunan ketiga diamati sebagai satu puncak dekomposisi pada 508°C dengan massa yang hilang terhitung 10,50% dan mungkin bisa dihubungkan dengan hilangnya dua unit asetil dari ligan khelat asetat (Gaballa, 2013).

### **2.7.5 Spektroskopi Massa (ESI)**

Spektrometri massa adalah teknik analisis yang dapat memberikan informasi kualitatif dan kuantitatif (massa molekul atau konsentrasi) pada molekul analit dalam bentuk ion. *Elektrospray Ionization* (ESI) merupakan salah satu metode ionisasi dalam spektroskopi massa untuk mendapatkan ion molekul. Senyawa netral akan diubah menjadi ion atau fasa gas dengan protonasi dan kationisasi (Ho *et al.*, 2003). Prinsip ESI adalah sampel dalam larutan (biasanya pelarut polar dan volatil) masuk kedalam sumber ion melalui pipa *stainless steel* yang dikelilingi oleh aliran nitrogen yang disebut gas *nebulizing*. Ujung pipa dihubungkan dengan elektroda banding pada potensial tinggi. Ketika larutan keluar dari pipa, aerosol dari tetesan-tetesan bermuatan. Tetesan-tetesan tersebut kemudian menyusut seiring dengan menguapnya pelarut dan kemudian menjadi fasa gas (vapor). Ion dalam fasa vapor difokuskan pada sejumlah lubang menuju *mass analyzer* (Silverstein *et al.*, 2005). Ion-ion umumnya

terbentuk pada spektrometer massa (ESI) seperti dapat dilihat pada Tabel 2.4 (Grimalt *et al.*, 2005).

Tabel 2.4 Ion-ion molekul yang umumnya terbentuk pada spektrometer massa (ESI)

Ion molekul positif	Massa (m/z)	Ion molekul negatif	Massa (m/z)
$[M+H]^+$	$M + 1$	$[M-H]^-$	$M - 1$
$[M+H+Na]^+$	$M + 24$	$[M+Cl]^-$	$M + Cl$
$[M+H+K]^+$	$M + 40$	$[M-2H+Na]^-$	$M + 21$
$[2M+H]^+$	$2 \times M + 1$	$[M-H-CO_2]^-$	$M - 45$

## 2.8 Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)

Metode uji kematian *Artemia salina* (*Brine Shrimp Lethality Test*) merupakan salah satu metode uji toksisitas yang biasa digunakan dalam studi bioaktivitas. Kematian *in vivo* dari organisme hewani tunggal dapat digunakan sebagai monitor yang sesuai untuk skrining dan fraksinasi dalam penemuan dan pemantauan produk bioaktif alam. Metode ini memiliki beberapa keuntungan diantaranya, cepat (24 jam), murah dan mudah (tidak membutuhkan teknik aseptik) (McLaughlin *et al.*, 1998).

Pada uji BSLT menggunakan hewan uji *Artemia salina*, telur *Artemia salina* ditetaskan dalam air laut selama 48 jam. Telur yang sudah menetas disebut larva atau dalam jumlah besar disebut dengan nauplii. Larutan senyawa uji yang sudah dibuat kemudian diujikan ke nauplii selama 24 jam. Nauplii yang digunakan berjumlah 10 dengan pengulangan triplo, kemudian dihitung jumlah nauplii yang mati. Uji BSLT pertama kali digunakan pada tahun 1982 sebagai uji pendahuluan pada

fraksinasi senyawa alam yang akan digunakan sebagai senyawa antitumor dan antikanker (Meyer *et al.*, 1982).

Larva *Artemia salina* yang mati kemudian dihitung %kematian yang selanjutnya digunakan sebagai sumbu y pada grafik. Rumus dari %kematian adalah:

$$\%kematian = \frac{\Sigma \text{ larva yang mati}}{\Sigma \text{ larva yang digunakan}} \times 100\% \quad (2.1)$$

Persamaan umum dari grafik BSLT adalah  $y=a + bx$ , dengan y adalah nilai probit dan x adalah log konsentrasi. Dari persamaan tersebut kemudian dihitung  $LC_{50}$  dengan memasukkan nilai probit (50% kematian), apabila pada kontrol terdapat larva yang mati, maka %kematian ditentukan dengan rumus Abbot pada persamaan berikut:

$$\%Kematian = \frac{\Sigma \text{ larva yang mati} - \Sigma \text{ larva yang mati pada kontrol}}{\Sigma \text{ larva yang digunakan}} \times 100\% \quad (2.2)$$

(Nurhayati, 2006)

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik CP 224S Sartorius, peralatan gelas, plat KLT, kertas saring, oven, *hotplate stirrer* Cimarec, thermometer, pengaduk magnetik, seperangkat alat refluks, lampu ultraviolet dengan  $\lambda$  245 nm, desikator. Digunakan pula alat uji titik leleh Melting Point Apparatus Fischer John, FTIR Shimadzu 8400S, spektrometer NMR Delta2\_Nmr Jeol Resonance 400 MHz, Spektrofotometer UV-Vis Genesys 10S, spektrometer serapan atom ZEEnit 700, TG/DSC NETZSCH STA 449F1 dan spektrometer massa (ESI) Thermo Scientific TSQ Vantage Triple State Quadrupole.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah o-fenilendiamina (Aldrich 694975), salisilaldehida (Aldrich S356), etanol (Merck 1.00983), kloroform (Merck 1.02445), dimetilsulfoksida (DMSO) (Merck 8.02912), silika gel 60 F254 (Merck 1.05554), nikel klorida heksahidrat ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (Merck 1.06717), aquademin, NaOH 2M,  $\text{HNO}_3$  65%, gas nitrogen ( $\text{N}_2$ ), telur udang *Artemia salina* dan air laut

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina**

###### **3.2.1.1 Sintesis Ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina**

Sintesis ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur reaksi o-

fenilendiamina dengan salisilaldehida dengan perbandingan rasio molar 1 : 2 (Gaballa, 2013). Larutan salisilaldehida (0,41 mL; 0.004 mol) dalam etanol dipanaskan hingga jenuh. Larutan o-fenilendiamina (0,216 gram; 0,002 mol) dalam etanol ditambahkan tetes demi tetes kedalam larutan salisilaldehida. Campuran direfluks selama 120 menit. Reaksi yang sedang berjalan dipantau dengan kromatografi lapis tipis (KLT) menggunakan eluen kloroform. Hasil reaksi didinginkan hingga mencapai suhu kamar kemudian didiamkan pada suhu 5°C. Endapan yang terbentuk disaring, dicuci dengan etanol dingin, dikeringkan dan ditimbang. Uji kemurnian hasil sintesis dilakukan dengan KLT dan uji titik leleh. Hasil sintesis yang telah murni diidentifikasi menggunakan  $^1\text{H-NMR}$  dan FTIR

#### **3.2.1.2 Karakterisasi dengan Spektrometer $^1\text{H-NMR}$**

Identifikasi  $^1\text{H-NMR}$  dilakukan dengan spectrometer pada frekuensi 400MHz di laboratorium *Institute of Tropical Disease* UNAIR Surabaya. Sampel ditimbang seberat 5 mg kemudian dilarutkan dengan kloroform dan dimasukkan kedalam tabung sampel. Tabung sampel dimasukkan kedalam alat.

#### **3.2.1.3 Karakterisasi dengan Spektrometer Inframerah**

Identifikasi dilakukan menggunakan spektrometer SHIMADZU FTIR 8400S. Pengukuran dilakukan dengan pembuatan pellet, dimana 10 mg cuplikan dicampur dengan 100 mg KBr, campuran kemudian dimasukkan kedalam press holder, ditekan beberapa saat hingga ketebalan 0,05 mm. Pelet tersebut selanjutnya diukur pada bilangan gelombang  $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$

### **3.2.2 Kompleks Ni(II) dengan Ligan Salofen**

#### **3.2.2.1 Sintesis Kompleks Logam Nikel (II) dengan Ligan salofen**

Sintesis kompleks nikel dengan ligan salofen diadaptasi dari prosedur reaksi ligan turunan bis(salisilidina)etilendiamina atau disingkat salen dengan logam nikel klorida heksahidrat dengan perbandingan 1 : 1 (Patil *et al.*, 2016). Larutan ligan salofen (0,632 g; 0,002 mol) dalam etanol dipanaskan hingga jenuh. Logam nikel klorida heksahidrat (0,475 g, 0,002 mol) dalam etanol ditambahkan kedalam larutan ligan tetes demi tetes. Kemudian NaOH 2M sebanyak 2 mL ditambahkan kedalam campuran. Campuran direfluks selama 16 jam. Campuran dididamkan selama 24 jam dalam suhu ruangan. Endapan yang terbentuk disaring, dicuci dengan etanol, dikeringkan dalam desikator dan kemudian ditimbang.

#### **3.2.2.2 Analisis dengan Spektrofotometer UV-Visible**

Pada penelitian ini penentuan panjang gelombang maksimum larutan logam, ligan dan kompleks dilakukan dengan melarutkan ligan salofen dan kompleks Ni(II) kedalam dimetil sulfoksida (DMSO). Masing-masing larutan diukur pada rentang panjang gelombang 400-800 nm.

#### **3.2.2.3 Analisis Kadar Logam dengan Spektrometer Serapan Atom**

Analisis ini dibagi menjadi dua tahap yaitu tahap persiapan larutan standar dan persiapan larutan sampel. Analisis dilakukan untuk mengetahui kadar nikel pada senyawa kompleks yang telah disintesis. Analisis SSA menggunakan larutan standar  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan 5 titik, yakni 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm. Larutan standar ion logam nikel dibuat dengan melarutkan

0,01 gram  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam 100 mL aquademin sehingga diperoleh larutan Ni(II) 100 ppm. Selanjutnya dibuat larutan standar nikel dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm dengan cara mengambil 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; dan 1 mL dari larutan standar Ni(II) 100 ppm kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL. Masing-masing larutan ditambahkan aquademin kedalam labu takar hingga batas.

Larutan cuplikan 20 ppm disiapkan dengan menimbang 0,002 gram cuplikan. Cuplikan selajutnya ditambah  $\text{HNO}_3$  pekat hingga larut. Campuran ditambahkan aquademin hingga tanda batas labu ukur 100 mL. Larutan standar dan larutan sampel siap diuji SSA.

#### **3.2.2.4 Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)**

Preparasi sampel kompleks Ni(II) dengan ligan salofen dilakukan dengan peletakkan sedikit sampel pada permukaan pan. Kemudian dilakukan *coating* agar permukaan sampel menjadi konduktif. Sampel yang telah dicoating kemudian dimasukkan dalam spesimen *chamber* untuk dideteksi oleh SEM-EDX.

#### **3.2.2.5 Karakterisasi dengan Spektrometer Inframerah (FTIR)**

Identifikasi dilakukan menggunakan spektrometer SHIMADZU FTIR 8400S. Pengukuran dilakukan dengan pembuatan pellet, dimana 10 mg cuplikan dicampur dengan 100 mg KBr, campuran kemudian dimasukkan kedalam press holder, ditekan beberapa saat hingga ketebalan 0,05 mm. Pelet tersebut selanjutnya diukur pada bilangan gelombang  $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$



### 3.2.2.6 Analisis Termogravimetri (TGA)

Analisis termogravimetri (TGA) dilakukan dalam keadaan inert dibawah gas N<sub>2</sub> pada suhu 30-600 °C dengan rentang kenaikan suhu 10 °C/menit. Sampel yang akan diuji disiapkan sebanyak 5-10 mg dan diletakkan pada wadah alumina.

### 3.2.3 Uji Toksisitas Brine Shrimp Lethality (BSLT)

Uji toksisitas dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* diadopsi dari prosedur yang telah dilakukan oleh Sari (2013).

#### a. Penetasan telur *Artemia salina*

Wadah disiapkan untuk penetasan telur udang. Di salah satu sisi wadah diletakkan lampu. Di dalam wadah diisi dengan air laut dan dibantu dengan aerator. Telur udang dimasukkan ke dalam wadah, dan lampu dinyalakan selama 48 jam untuk menetasakan telur.

#### b. Persiapan larutan ligan dan kompleks

Larutan stok kompleks dibuat dengan konsentrasi 5000 ppm dalam DMSO. Dibuat pula larutan kompleks dengan konsentrasi 1000 ppm, 500 ppm, 250 ppm, 125 ppm dan 62,5 ppm dengan prinsip pengenceran dari larutan stok 5000 ppm.

#### c. Uji toksisitas

Larutan kompleks konsentrasi 1000, 500, 250, 125, 62,5 ppm diambil masing-masing 100 µL kedalam wadah uji (*microwell plate*). Ditambahkan 10 ekor larva udang + air laut ke dalam setiap konsentrasi. Setiap konsentrasi larutan dilakukan tiga kali pengulangan (triplo).

Larutan kompleks 0 ppm disiapkan (tanpa penambahan sampel, hanya air laut) sebagai kontrol. Larutan dibiarkan selama 24 jam, kemudian dihitung jumlah larva yang mati dan masih hidup dari tiap lubang. Dari data yang didapat dihitung % kematian

dengan cara akumulasi mati dibagi jumlah akumulasi hidup dan mati (total) dikali 100 %.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

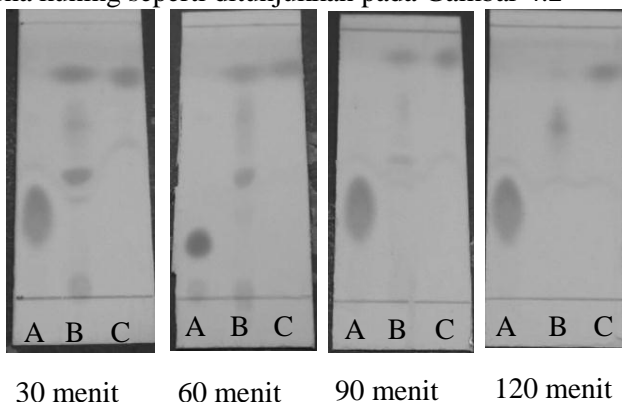
Penelitian ini dilakukan dalam tiga tahapan. Tahap pertama adalah sintesis ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina. Ligan hasil sintesis diuji kemurniannya dengan kromatografi lapis tipis, kemudian dikarakterisasi menggunakan spektrometer FTIR dan spektrometer NMR. Tahap kedua adalah sintesis senyawa kompleks dari reaksi dengan ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina. Reaksi yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, spektrometer FTIR, spektrometer serapan atom, spektrometer massa dan analisis termogravimetri (TGA). Tahap ketiga adalah uji toksisitas senyawa kompleks dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

#### **4.1 Sintesis dan Karakterisasi Ligan**

##### **4.1.1 Sintesis Ligan**

Sintesis ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina dilakukan dengan mengadaptasi prosedur reaksi o-fenilendiamina dengan salisilaldehida (Gaballa, 2013). Sintesis dilakukan dengan merefluks o-fenilendiamina dan salisilaldehida dengan perbandingan mol 1 : 2 dalam pelarut etanol dengan dialiri gas nitrogen. Pemantauan reaksi dilakukan pemantauan dengan kromatografi lapis tipis menggunakan eluen kloroform yang dilakukan setiap 30 menit, dengan hasil sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.1. Hasil pemantauan reaksi pada menit ke-30 dan 60 bahwa sebagian pereaksi telah bereaksi yang ditandai dengan terbentuknya noda tipis dengan  $R_f$  yang berbeda dengan  $R_f$  kedua pereaksi. Hasil reaksi makin jelas terlihat ketika reaksi

berlangsung pada menit ke-90, tetapi noda pereaksi masih ada yang belum bereaksi. Reaksi berlangsung dengan baik pada menit ke-120, yang ditandai dominannya noda hasil reaksi dan tipisnya noda kedua pereaksi. Reaksi kemudian dihentikan, hasil reaksi didinginkan hingga mencapai suhu ruangan kemudian didiamkan pada suhu 5°C selama 24 jam. Endapan yang terbentuk disaring, dicuci dengan etanol dingin, dikeringkan dalam desikator, dan hasil reaksi diperoleh sebanyak 0,4289 gram, berupa padatan berwarna kuning seperti ditunjukkan pada Gambar 4.2

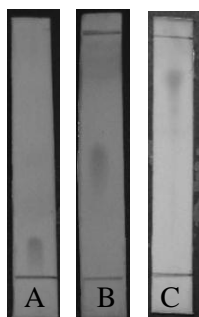


Gambar 4.1. Hasil pemantauan reaksi dengan KLT (A= *o*-fenilendiamina; B=produk; dan C=salisilaldehida)



Gambar 4.2. Hasil sintesis ligan *N,N'*-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina

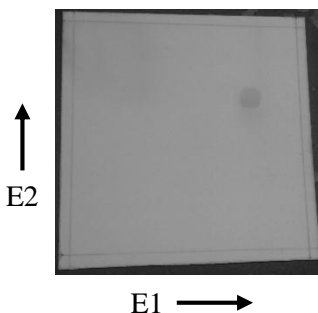
Hasil reaksi selanjutnya diuji kemurniannya dengan kromatografi lapis tipis menggunakan 3 eluen yang berbeda. Hasil KLT menunjukkan noda tunggal sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.3 yang mengindikasikan sebagai senawa murni. Hasil uji KLT 3 eluen diperkuat dengan uji KLT 2 dimensi yang menunjukkan noda tunggal pada plat KLT seperti terlihat pada Gambar 4.4. Uji kemurnian ligan hasil sintesis diperkuat dengan uji titik leleh yang memberikan kisaran 162-163°C, senyawa dengan perbedaan titik leleh sebesar  $<2^{\circ}\text{C}$  dianggap murni (Bella *et al.*, 1997).



Keterangan:

- A. n-heksana : kloroform (1:1)
- B. n-heksana : kloroform (5 : 7)
- C. n-heksana : etil asetat (10:5)

Gambar 4.3 Hasil uji kemurnian ligan hasil sintesis dengan KLT tiga eluen



Keterangan:

E1 = Elusi pertama

Eluen= n-heksana : kloroform (5 : 7)

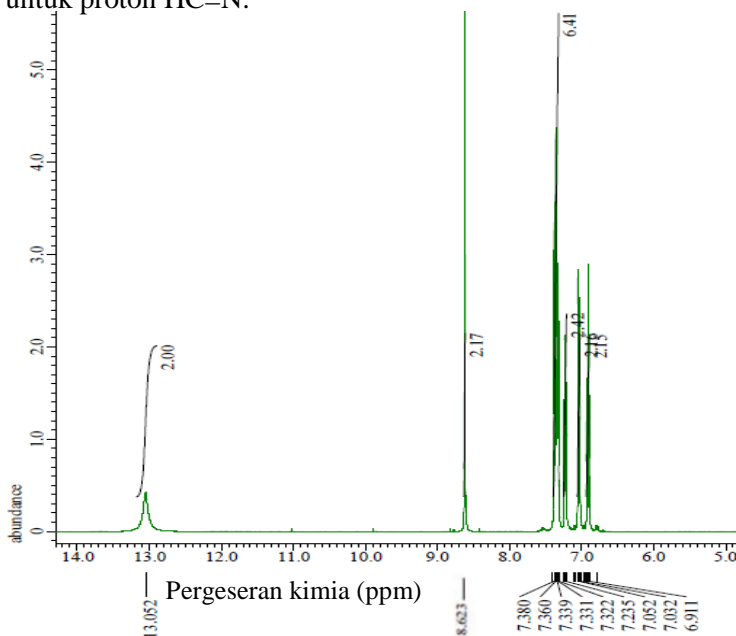
E2 = Elusi kedua

Eluen= n heksana : etil asetat (10 : 5)

Gambar 4.4 Hasil uji kemurnian ligan hasil sintesis dengan KLT 2 dimensi

#### 4.1.2 Karakterisasi ligan hasil sintesis

Identifikasi struktur ligan hasil sintesis menggunakan spektrometer NMR (dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ ) memberikan spektrum  $^1\text{H}$  NMR seperti ditunjukkan pada Gambar 4.5 yang sesuai dengan struktur  $\text{N,N}'$ -bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina (salofen). Spektrum menunjukkan adanya sinyal singlet lebar proton OH pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 13,05 ppm, dan sinyal singlet pada 8,62 ppm untuk proton  $\text{HC}=\text{N}$ .



Gambar 4.5 Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR ligan salofen

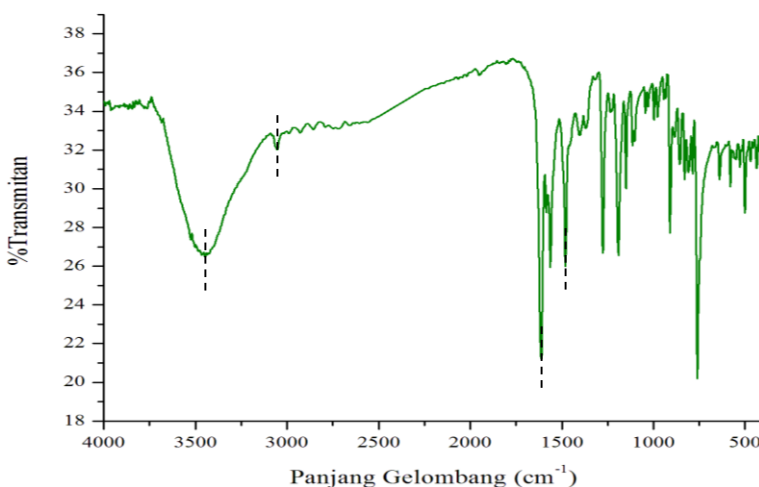
Gugus  $\text{C}=\text{O}$  aldehida pada prekursor salisilaldehida telah bereaksi dengan gugus amina dari prekursor o-fenilendiamina membentuk gugus imina ( $\text{C}=\text{N}$ ) (Xavieri & Shrividhya, 2014). Sinyal proton-proton aromatik muncul pada pergeseran kimia ( $\delta$ )

6,91-7,38 ppm. Perbandingan data  $^1\text{H}$ -NMR ligan salofen hasil sintesis dengan data Bella *et al* (1997) dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perbandingan data  $^1\text{H}$  NMR ligan salofen hasil sintesis dengan hasil Bella *et al.* (1997)

ligan hasil sintesis (ppm)	ligan Bella <i>et al.</i> (1997) (ppm)
$\delta$ 13,02 (s,2H,OH)	$\delta$ 13,62 (s, 2H, OH)
$\delta$ 8,62 (s,2H, HC=N)	$\delta$ 8,54 (s,2H,CH=N)
$\delta$ 7,20-7,38 (m,8H, ArH)	$\delta$ 7,22-7,32 (m, 6H, ArH)
$\delta$ 6,89-7,11 (m,4H, ArH)	$\delta$ 6,45-6,55 (m, 4H, ArH)

Karakterisasi dengan spektrometer NMR diperkuat dengan karakterisasi FTIR. Spektrum inframerah ligan hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektra FTIR ligan salofen

Spektrum FTIR pada Gambar 4.6 menunjukkan puncak khas salofen pada daerah 1612,54 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan serapan gugus C=N. Puncak- puncak khas yang lain yaitu serapan O-H

pada bilangan gelombang 3446,91  $\text{cm}^{-1}$  dan serapan pada bilangan gelombang 3053,42  $\text{cm}^{-1}$  yang menandakan adanya gugus C-H aromatik yang berasal dari fenil. Perbandingan hasil serapan IR secara teoritis dan eksperimen dapat dilihat pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil perbandingan data FTIR ligan hasil sintesis dengan hasil Gaballa (2013)

Gugus fungsi	$\nu$ ligan hasil sintesis ( $\text{cm}^{-1}$ )	$\nu$ ligan Gaballa (2013) ( $\text{cm}^{-1}$ )
OH alkohol	3446,91	3427
CH aromatik	3053,42	3045
C=N	1612,54	1634
C=C	1481,38	1501

## 4.2 Sintesis dan Karakterisasi Kompleks Ni(II) dengan Ligan Salofen

### 4.2.1 Sintesis Kompleks Ni(II) dengan Ligan Salofen

Sintesis kompleks nikel dengan ligan salofen diadaptasi dari prosedur reaksi ligan turunan bis(salisilidina)etilendiamina atau disingkat salen dengan logam nikel klorida heksahidrat dengan perbandingan 1 : 1 (Patil *et al.*, 2016). Larutan ligan dan logam dalam etanol direfluks selama 16 jam. Campuran didiamkan selama 24 jam dalam suhu ruangan. Endapan yang terbentuk disaring, dicuci dengan etanol, dikeringkan dalam desikator dan kemudian ditimbang. Hasil yang didapatkan sebanyak 0,5062 gram, berupa padatan serbuk berwarna merah bata seperti ditunjukkan pada Gambar 4.7. Uji titik leleh pada kompleks hasil sintesis memberikan nilai  $>300^\circ\text{C}$ .





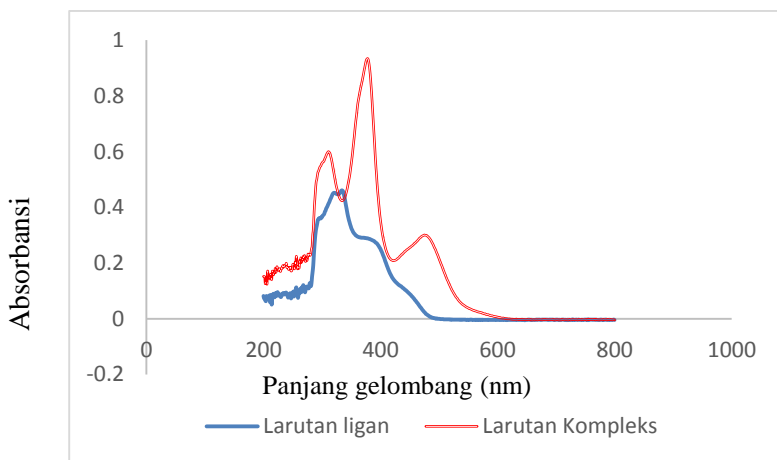
Gambar 4.7 Hasil sintesis kompleks nikel(II) dengan ligan salofen

#### **4.2.2 Analisis Spektrofotometer UV-Vis Kompleks Nikel (II) dengan Ligan Salofen**

Analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang antara logam dan kompleks. Senyawa kompleks dinyatakan telah terbentuk apabila panjang gelombang maksimum kompleks mengalami pergeseran dari panjang gelombang maksimum ligan. Preparasi analisis ini dilakukan dengan cara melarutkan ligan dan kompleks dalam DMSO. Larutan ligan berwarna kuning sedangkan larutan kompleks berwarna merah. Masing-masing larutan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-800 nm. Hasil pengukuran panjang gelombang ditunjukkan pada Gambar 4.8.

Puncak-puncak serapan larutan ligan terukur pada panjang gelombang 268 nm dan 334 nm dengan serapan maksimum pada panjang gelombang 334 nm. Puncak pada panjang gelombang 268 nm menunjukkan adanya transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$  dari cincin aromatik, sedangkan pada 334 nm menunjukkan adanya transisi  $n \rightarrow \pi^*$  dari gugus azometin (Gaballa, 2013). Puncak-puncak serapan yang terukur dari larutan kompleks adalah pada panjang gelombang 311 nm, 378 nm dan 475 nm dengan serapan maksimum pada panjang gelombang 378 nm. Puncak pada panjang gelombang 311 nm

menunjukkan adanya transisi transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$  dari cincin aromatik, pada 378 nm menunjukkan transisi  $n \rightarrow \pi^*$  dari gugus azometin dan pada 475 nm menunjukkan adanya transisi  $d \rightarrow d^*$  (More *et al.*, 2017). Panjang gelombang maksimum tampak bergeser. Pergeseran panjang gelombang ini dipengaruhi oleh terjadinya transfer muatan dari ligan ke logam untuk membentuk ikatan koordinasi (Martak, 2014)



Gambar 4.8 Spektra UV-Vis larutan logam, ligan dan kompleks

#### 4.2.3 Analisis Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Kompleks Nikel(II) dengan Ligan Salofen

Analisis kompleks dengan Spektroskopi Serapan Atom dilakukan untuk mengetahui kadar ion logam Ni(II) yang terkandung dalam kompleks yang disintesis. Pengukuran kadar logam pada kompleks dilakukan dalam bentuk larutan. Analisis SSA dimulai dengan mengukur absorbansi larutan standar Ni(II) dengan konsentrasi 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm dan 10 ppm kemudian larutan sampel. Hasil pengujian berupa absorbansi

masing-masing konsentrasi larutan. Data absorbansi larutan standar yang dihasilkan kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan cara plot data konsentrasi pada sumbu x dan absorbansi pada sumbu y. Kurva kalibrasi dan perhitungan analisis SSA ditampilkan pada lampiran E

Kurva kalibrasi larutan standar memberikan persamaan garis  $y = 0,0206x - 0,0048$ . Absorbansi larutan sampel yang terukur dimasukkan kedalam persamaan garis sebagai fungsi y, sehingga diperoleh kadar nikel(II) dalam sampel sebesar 14,65%. Hasil ini mendekati prosentase kadar Ni(II) hasil perhitungan untuk formula molekul  $[\text{Ni}(\text{salofen})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Perhitungan persentase kadar ion Ni(II) dalam sampel dengan beberapa kemungkinan formula molekul kompleks secara teori dapat dilihat dalam Tabel 4.3

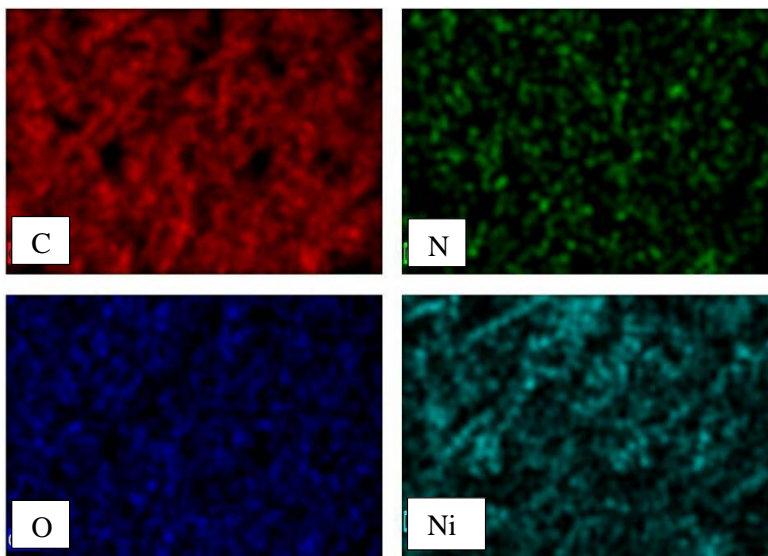
Tabel 4.3 Persentase kadar Ni(II) hasil perhitungan

Rumus Molekul	% Ni(II)
Sampel	
$[\text{Ni}(\text{L})]$	15,73
$[\text{Ni}(\text{L})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	15,01
$[\text{Ni}(\text{L})(\text{Cl})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$	12,73
$[\text{Ni}(\text{L})(\text{H}_2\text{O})_2(\text{Cl})_2] \cdot \text{H}_2\text{O}$	11,79

#### 4.2.4 Karakterisasi dengan Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

Karakterisasi dengan *scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) dilakukan untuk mengetahui persebaran unsur penyusun kompleks nikel(II) dengan ligan salofen dan perbandingan jumlah unsur untuk mendukung penentuan struktur senyawa kompleks. Secara umum unsur penyusun kompleks meliputi C, N ,O dan Ni. Pada karakterisasi

EDX setiap unsur akan menunjukkan persentase distribusi unsur dalam kompleks. Persebaran unsur pada senyawa kompleks ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Persebaran unsur dari hasil analisis SEM-EDX kompleks nikel(II) dengan ligan salofen

Gambar 4.9 menunjukkan bahwa unsur karbon, nitrogen, oksigen dan nikel terdistribusi pada kompleks nikel(II) dengan ligan salofen. Analisis jumlah atom yang teridentifikasi oleh SEM-EDX dirangkum pada Tabel 4.4. Hasil menunjukkan bahwa EDX memberikan jumlah atom yang berbeda dengan perhitungan jumlah prediksi atom. Hal ini dikarenakan analisis unsur pada EDX dilakukan tidak dalam satu sampel secara keseluruhan namun pada satu titik uji, sehingga analisis distribusi unsur tidak dapat dilihat secara keseluruhan, namun dapat membantu memprediksi jumlah masing-masing atom penyusun dalam satu

sampel. Perhitungan prosentase unsur lebih lengkap dapat dilihat pada lampiran F

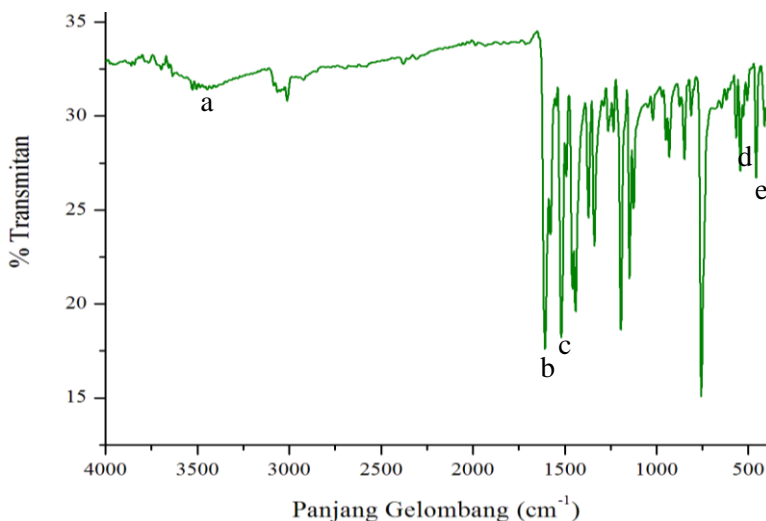
Tabel 4.4 Analisis jumlah atom yang teridentifikasi oleh SEM-EDX

Unsur	Data SEM-EDX (at,%)	Jumlah atom hasil EDX	Jumlah atom prediksi dalam sampel
C	69,12	17,97	20
O	24,08	6,26	3
N	5,71	1,48	2
Ni	1,09	0,28	1

#### 4.2.5 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan Spektrometer Inframerah (FTIR)

Spektroskopi inframerah dapat menunjukkan gugus fungsi kompleks dan ikatan yang terjadi antara logam dengan ligan. Hasil FTIR kompleks nikel dengan ligan salofen dapat dilihat pada Gambar 4.10. Spektra FT-IR pada Gambar 4.10 menunjukkan adanya serapan O-H pada bilangan gelombang  $3446,91\text{ cm}^{-1}$  yang menyatakan adanya air pada kompleks nikel. Hal ini dijelaskan pada penelitian sebelumnya bahwa hilangnya serapan O-H pada kompleks logam mengindikasikan de-protonisasi dari gugus O-H saat berikatan dengan ion logam, tetapi munculnya serapan pada  $3372\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya air dalam kompleks Ni(II) dengan ligan salofen (Khalaji *et al.*, 2014). Serapan gugus fungsi C=N bergeser dari bilangan gelombang  $1612,54\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1608,69\text{ cm}^{-1}$ . Frekuensi vibrasi dari gugus C=N bergeser pada kompleks mengindikasikan adanya ikatan koordinasi melalui nitrogen imina (Khalaji *et al.*, 2014). Serapan pada bilangan gelombang  $457,14\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Ni-N dan serapan pada  $528,51\text{ cm}^{-1}$

$\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya ikatan Ni-O. Perbandingan data FTIR kompleks hasil sintesis dengan kompleks Khalaji *et al.* (2014) ditunjukkan pada Tabel 4.5.



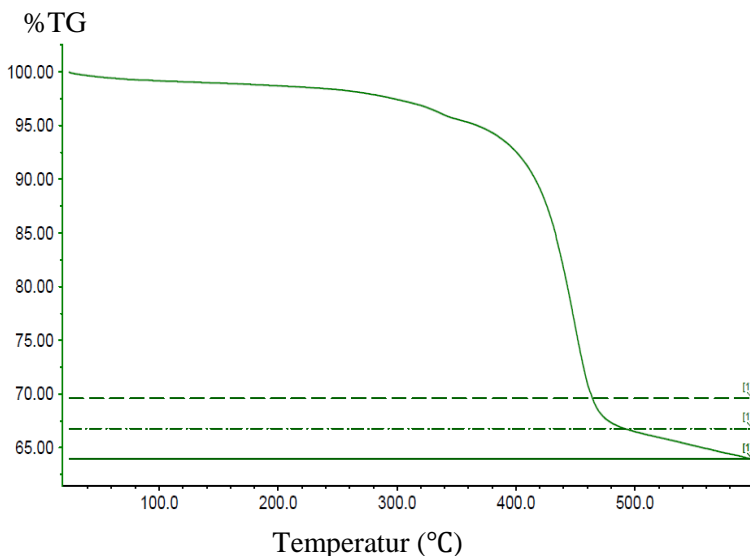
Gambar 4.10 Spektra FTIR kompleks nikel(II) dengan ligan salofen

Tabel 4.5 Hasil perbandingan data FTIR kompleks hasil sintesis dengan hasil Khalaji *et al.* (2014)

Puncak	$\nu$ kompleks hasil sintesis ( $\text{cm}^{-1}$ )	$\nu$ kompleks Ni(II) Khalaji <i>et al.</i> (2014) ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus fungsi
a	3446,91	3372	OH atau $\text{H}_2\text{O}$
b	1608,69	1606	$\text{C}=\text{N}$
c	1519,96	1528	$\text{C}=\text{C}$ Aromatik
d	528,51	524	Ni-O
e	457,14	463	Ni-N

#### 4.2.6 Analisis Termogravimetri (TGA) Kompleks Nikel(II) dengan Ligan Salofen

Analisis termogravimetri dilakukan untuk mengetahui prosentase dekomposisi massa kompleks dan memperkuat prediksi rumus molekul kompleks nikel dengan ligan salofen. Pengujian TGA dilakukan pada suhu 30-600°C dengan laju kenaikan suhu 10°C/menit. Data yang diperoleh yaitu persen massa pada suhu tertentu untuk dibandingkan dengan senyawa yang terdekomposisi secara teoritis. Hasil pengujian TGA kompleks ditunjukkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Termogram kompleks nikel(II) dengan ligan salofen

Termogram kompleks nikel(II) dengan ligan salofen menunjukkan kompleks mengalami 3 tahap dekomposisi. Tahap pertama mengalami pengurangan massa sebesar 0,84% pada 70-105°C. Hal ini dapat disamakan dengan hilangnya molekul air

(Sibous *et al.*, 2013). Tahap kedua pengurangan massa sebesar 3,52% pada suhu 250-360°C, dapat dideskripsikan sebagai dekomposisi sebagian dari kompleks (Khalaji, 2016) meliputi amina/aromatik (Maia *et al.*, 2014). Tahap ketiga terjadi pengurangan massa sebesar 31,70% pada suhu 367-460°C, merupakan dekomposisi dari ligan (De Toledo *et al.*, 2016) sehingga memberikan residu sebesar 63,93% yang diperkirakan adalah nikel oksida yang akan terdekomposisi pada suhu yang lebih tinggi (Sacarescu *et al.*, 2003)

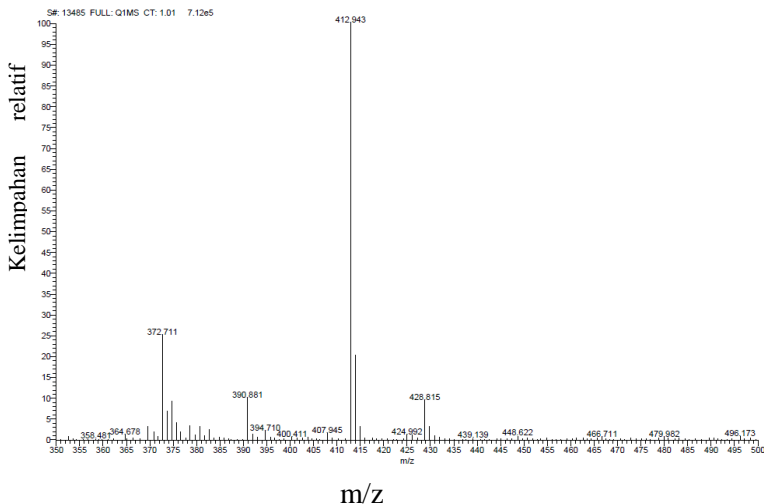
#### **4.2.7 Analisis Massa Kompleks Nikel(II) dengan Ligan Salofen Menggunakan Spektrometer massa**

Identifikasi massa kompleks nikel dengan ligan salofen dilakukan menggunakan spektrometer massa (ESI). Spektrum massa yang didapatkan dapat dilihat pada Gambar 4.12. Penelitian sebelumnya menyatakan hasil reaksi antara logam nikel dengan ligan salofen berupa kompleks  $[\text{Ni}(\text{salofen})]$  dengan massa relatif 373 g/mol (Bella *et al.*, 1997).

Hasil karakterisasi sebelumnya yaitu FTIR dan TGA menjelaskan bahwa kompleks hasil sintesis mengandung molekul air, sehingga diperkirakan kompleks nikel(II) dengan ligan salofen hasil sintesis memiliki formula molekul  $[\text{Ni}(\text{salofen})]\cdot\text{H}_2\text{O}$  dengan massa relatif 391,054 g/mol.

Spektrum massa kompleks Ni(II) hasil sintesis menunjukkan puncak ion  $[\text{M}-\text{H}]^-$  pada  $m/z$  390,881 dan  $[\text{M}-2\text{H}+\text{Na}]^-$  pada  $m/z$  412,943. Massa ion  $[\text{M}-\text{H}]^-$  dan  $[\text{M}-2\text{H}+\text{Na}]^-$  hasil perhitungan berturut turut adalah 390,046 dan 412,039. Hasil ini memperkuat formula molekul senyawa kompleks yang terbentuk adalah  $[\text{Ni}(\text{salofen})]\cdot\text{H}_2\text{O}$





Gambar 4.12 Spektra massa kompleks nikel(II) dengan ligan salofen

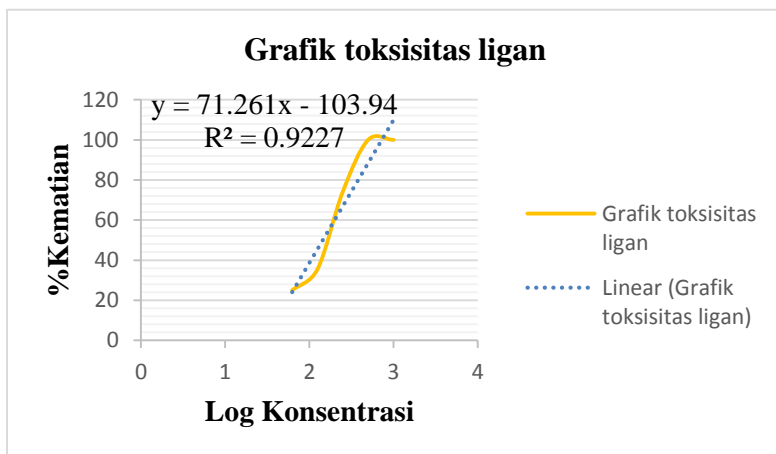
### 4.3 Uji Toksisitas

Uji toksisitas dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* untuk mengetahui nilai  $LC_{50}$  senyawa kompleks dalam  $\mu\text{g/mL}$  dengan larva udang *Artemia salina* sebagai hewan uji. Toksisitas senyawa tersebut ditentukan dari jumlah larva udang yang mati pada masing-masing konsentrasi senyawa. Konsentrasi larutan uji yang digunakan yaitu 1000; 500; 250; 125 dan 62,5 ppm dengan pengulangan tiap-tiap konsentrasi sebanyak 3 kali. Adapun larutan yang diuji adalah larutan ligan dan kompleks sebagai sampel dan larutan 10% DMSO sebagai kontrol. Data hasil uji toksisitas larutan ligan dirangkum dalam Tabel 4.6 dan larutan kompleks dalam Tabel 4.7

Tabel 4.6 Hasil uji toksisitas ligan salofen

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Total Hidup	Total Kematian	% Kematian
0	1,79588	32	0	0
62,5	1,79588	24	8	25
125	2,09691	20	11	35,48387
250	2,39794	8	23	74,12355
500	2,69897	0	31	100
1000	3	0	32	100

Data yang dihasilkan kemudian diplot antara log konsentrasi pada sumbu x dan % kematian pada sumbu y. Grafik plotting tersebut ditunjukkan pada Grafik 4.1. Plotting data hasil uji toksisitas ligan memberikan persamaan  $y = 71,261x - 103,94$ . Dengan memasukkan nilai  $y = 50$  untuk kematian 50%, diperoleh nilai  $x = 2,16$ . Konsentrasi  $LC_{50}$  larutan ligan diperoleh dari nilai antilog  $x$  yaitu 144,62 ppm. Selanjutnya hasil uji toksisitas larutan kompleks dirangkum dalam Tabel 4.7

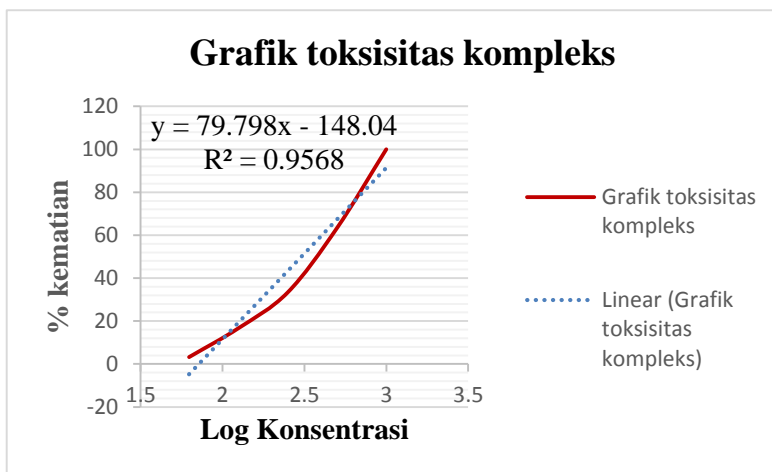


Grafik 4.1 Toksisitas ligan salofen

Tabel 4.7 Hasil uji toksisitas kompleks [Ni(salofen)] ·H<sub>2</sub>O

Konsentrasi (ppm)	Log Konsentrasi	Total Hidup	Total Kematian	%Kematian
0	1,79588	0	0	0
62,5	1,79588	30	1	3,225806
125	2,09691	25	5	16,66667
250	2,39794	20	10	33,33333
500	2,69897	11	19	63,33333
1000	3	0	33	100

Plotting data log konsentrasi pada sumbu x dan % kematian pada sumbu y menghasilkan grafik sebagaimana dapat dilihat pada Grafik 4.2. Persamaan garis yang diperoleh yaitu  $y = 79,798x - 148,04$ . Nilai x diperoleh dengan memasukkan nilai y = 50 yaitu sebesar 2,48. Konsentrasi LC<sub>50</sub> larutan kompleks diperoleh sebesar 303,22 ppm.



Grafik 2 Toksisitas kompleks [Ni(salofen)] ·H<sub>2</sub>O

Nilai  $LC_{50}$  merupakan konsentrasi senyawa yang mematikan sebanyak 50% organisme pada uji toksisitas.. Suatu senyawa memiliki sifat toksik apabila nilai  $LC_{50} < 200$  ppm (Meyer *et al.*, 1982) Pada penelitian ini hasil uji BSLT kompleks  $[Ni(\text{salofen})] \cdot H_2O$  memiliki nilai toksisitas yang lebih kecil daripada ligan, bahkan kompleks  $[Ni(\text{salofen})] \cdot H_2O$  tergolong senyawa tidak toksis karena memiliki nilai  $LC_{50} > 200$  ppm.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Reaksi antara o-fenilendiamin dengan salisilaldehida diperoleh hasil reaksi berupa ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina atau disingkat salofen berbentuk padatan berwarna kuning dengan rendemen sebesar 67,78%. Karakterisasi ligan menggunakan  $^1\text{H-NMR}$  dan FTIR mendukung hasil ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina yang terbentuk.

Reaksi antara logam  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina menghasilkan senyawa kompleks Ni(II) berupa padatan berwarna merah dengan rendemen sebesar 64,71%. Hasil analisa SSA menunjukkan kadar Ni(II) dalam kompleks sebesar 14,65%. Hasil analisa TGA menunjukkan bahwa senyawa kompleks yang terbentuk mengandung air kristal. Massa molekul relatif senyawa kompleks yang terbentuk sebesar 391,054 g/mol dengan prediksi formula struktur  $[\text{Ni}(\text{salofen})] \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

Hasil uji toksisitas menunjukkan bahwa nilai  $\text{LC}_{50}$  untuk ligan dan kompleks sebesar 144,62 dan 303,22 ppm. Berdasarkan nilai  $\text{LC}_{50}$  yang didapatkan, ligan bersifat toksik sedangkan senyawa kompleks  $[\text{Ni}(\text{salofen})] \cdot \text{H}_2\text{O}$  bersifat tidak toksik.

#### **5.2 Saran**

Karakterisasi senyawa kompleks dengan menggunakan XRD kristal tunggal untuk mengetahui struktur kompleks yang terbentuk

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## DAFTAR PUSTAKA

- Akila, E., Usharani, M., Vimala, S., Rajavel, R. (2012). Synthesis, spectroscopic characterization and biological evaluation studies of mixed ligand schiff base with metal (II) complexes derived from o-phenylenediamine. *Chemical Science Review and Letters*, 1(4), 181-194.
- Atkins, Peter., Overton, Tina., Rourke, Jonathan., Weller, Mark., Armstrong, Fraser., Hagerman, Michael. (2010). *Inorganic Chemistry Fifth Edition*. New York: W.H. Freeman and Company.
- Bella, S. Di, Fragala, I., Ledoux, I., Diaz-garcia, M. A., Marks, T. J., April, R. V. (1997). Synthesis , Characterization , Optical Spectroscopic , Electronic Structure , and Second-Order Nonlinear Optical ( NLO ) Properties of a Novel Class of Donor - Acceptor Bis ( salicylaldiminato ) nickel ( II ) Schiff Base NLO Chromophores, 7863(97), 9550–9557.
- Christian,G. (2004). *Analytical Chemistry Sixth Edition*. United States of America: Wiley & Sons. Inc
- Clarke, R. M., & Storr, T. (2014). The chemistry and applications of multimetallic salen complexes. *Dalton Transactions*, 43(25), 1-12
- De Toledo, T. A., Da Costa, R. C., Da Silva, L. E., Teixeira, A. M. R., Lima, V. N., Sena, D. M., Pizani, P. S. (2016). Thermal and biological properties of the Schiff base N,N'-bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine, a potential adjuvant to antibiotic therapy. *Journal of Molecular Structure*, 1115,

105–108.

- Gaballa, A. S. (2013). Research Article Synthesis , characterization and biological activity of salen-mixed ligand complexes with nickel ( II ), copper ( II ) and cobalt ( III ). *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 5(10), 206–217.
- Grimalt, S., Pozo, Ó. J., Marín, J. M., Sancho, J. V. (2005). Approaches for the Determination of Noneasily Ionizable Molecules by Different Atmospheric Pressure Interfaces Used in Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry : Abamectin as Case of Study. *J. Am. Soc Mass Spectrum*, 16, 1619-1630
- Ho, C. S., Lam, C. W. K., Chan, M. H. M., Cheung, R. C. K., Law, L. K., Lit, L. C. W., Tai, H. L. (2003). Electrospray Ionisation Mass Spectrometry : Principles and Clinical Applications, *Clinical Biochem Review*, 24, 3–12.
- Ibnu G.G & Abdul, R. (2008). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Khalaji, A. D., Nikookar, M., Das, D. (2014). Co(III), Ni(II), and Cu(II) complexes of bidentate N,O-donor Schiff base ligand derived from 4-methoxy-2-nitroaniline and salicylaldehyde. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 115(1), 409–417.
- Khalaji, D. (2016). Solid State Process for Preparation of Nickel Oxide Nanoparticles : Characterization and Optical Study, 35(3), 17–20.
- Kumar, H., & Chaudhary, R. P. (2010). Biological studies of a novel azo based Heterocyclic Schiff base and its transition metal complexes, 1(2), 55–61.



- Lau, K. Y., Mayr, A., Cheung, K.K. (1999). Synthesis of transition metal isocyanide complexes containing hydrogen bonding sites in peripheral locations. *Inorg. Chim. Acta*, 285(2), 223–232.
- Maia, D. D. O., Cristine, T., Dantas, D. M., Araujo, A. S., M, A. P. De, Gondim, A. D., Dockal, E. R. (2014). NI (II) COMPLEXES OF SCHIFF BASE LIGANDS ANCHORED IN SBA-15 MESOPOROUS MATERIALS : SYNTHESIS AND THERMAL CHARACTERIZATIONS. *IX Congresso Brasileiro de Analise Termica e Calorimetria*, (hal. 1-6). Saulo Paulo: Abratec
- Martak, Fahimah., Cahyani, Nuari Wahyu Dwi., Nugraheni, Zjahra Vianita., Utomo, Wahyu Prasetyo. (2014). Property and Toxicity of Cobalt(II) Complex With 2,4,5-trifenil-1H-imidazol Ligand. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16 (3), 260-267
- McLaughlin, J. L., Rogers, L. L., Anderson, J. E. (1998). The Use of Biological Assays to Evaluate Botanicals. *Therapeutic Innovation & Regulatory Science*, 32(2), 513–524.
- McMurry, John E. (2010). *Fundamental of Organic Chemistry 7<sup>th</sup> Edition*. New Yor: Brooks/Cole
- Meyer, B., Ferrigni, N., Putnam, J., Jacobsen, L., Nichols, D., McLaughlin, J. (1982). Brine Shrimp: A Convenient General Bioassay for Active Plant Constituents. *Planta Medica*, 45(5), 31–34.
- Morad, F. M., El, M. M., Gweirif, S. Ben. (2007). Preparation , Physical Characterization and Antibacterial Activity of Ni (II) Schiff Base Complex, *I*(1), 72–78.
- More, M. S., Pawal, S. B., Lolage, S. R., Chavan, S. S. (2017).

Syntheses, structural characterization, luminescence and optical studies of Ni(II) and Zn(II) complexes containing salophen ligand. *Journal of Molecular Structure*, 1128, 419–427.

Neelakantan, M. A., Rusalraj, F., Dharmaraja, J., Johnsonraja, S., Jeyakumar, T., Sankaranarayana Pillai, M. (2008). Spectral characterization, cyclic voltammetry, morphology, biological activities and DNA cleaving studies of amino acid Schiff base metal(II) complexes. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 71(4), 1599–1609.

Nurhayati, A. (2006). Uji Toksisitas Ekstrak *Euchema Alvarezil* terhadap *Artemia Salina* sebagai Studi Pendahuluan Potensi Antikanker. *Akta Kimindo*, 41-46

Patil, U., Mandewale, M., Thorat, B., Nagarsekar, A., Yamgar, R. (2016). Transition Metal Tetrahydro-Salophen Type Complexes: Synthesis, Characterization and Antitubercular Studies. *Asian Journal of Research in Chemistry*, 9(9), 425-434

Pavia, D., Lampman, G., Kriz, G. (2001). *Introduction to Spectroscopy Third Edition*. Bellingham, Washington: Thomson Learning Academic

Pradhan, A., & Kumar, A. (2015). A Review : An Overview on Synthesis of Some Schiff bases and there Metal Complexes with Anti-Microbial Activity, 35, 84–87.

Prasetyoko, Didik., Fansuri, Hamzah., Nikmah, Yatim Lailun., Fadlan, Arif. (2016). *Karakterisasi Struktur Padatan*. Yogyakarta: Budi Utama.

Sacarescu, G., Ardeleanu, R., Sacarescu, L., & Simionescu, M. M.

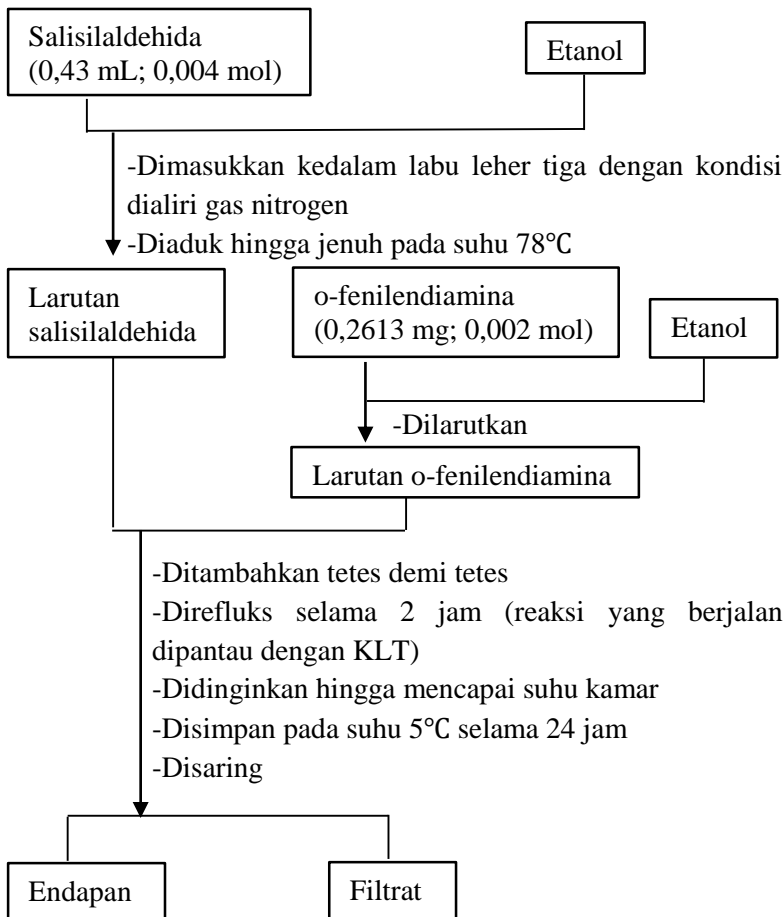
- (2003). Synthesis of polysilane-bis(salicyliden)ethylenediamine Ni(II) complex. *Journal of Organometallic Chemistry*, 685, 202–206.
- Sari, Y.N. (2013). Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Logam Mn(II)/Zn(II) dengan Ligan Asam Piridin-2,6-Dikarboksilat. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*, 1-6
- Sibous, L., Bentouhami, E., & Khan, M. A. (2013). Synthesis , Characterization , and Electrochemical Behaviour of Cobalt ( II ) and Nickel ( II ) Complexes with N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Chelating Ligand 4 ,4' - ( Biphenyl-4 , 4'-diyldinitrilo ) dipentan-2-one. *Journal of Inorganic Chemistry*, 1-11
- Silverstein, Robert, M., Webster, Francis X., Kiemle, David J. (2015). *Spectrometric Identification of Organic Compound 7<sup>th</sup> Edition*. New York: John Wiley & Sons Inc
- Solomon, T.W. Graham., Fryhle, Craig B., Johnson, Robert G. (2010). *Organic Chemistry: Study Guide and Solutions Manual 10<sup>th</sup> Edition*. New York: Wiley
- Tajgardoorn, M., Jafari, M., Rafiee, E., Feyzi, M., Joshaghani, M. (2012). A new nano bismuth(III) salophen catalyst for green and efficient catalytic oxidation of sulfides into the corresponding sulfoxides. *International Nano Letters*, 2, 69-74.
- Underwood. A.L. 2001. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama
- Xavier, A., & Srividhya, N. (2014). Synthesis and Study of Schiff base Ligands. *IOSR Journal of Applied Chemistry*, 7(11), 6–15.

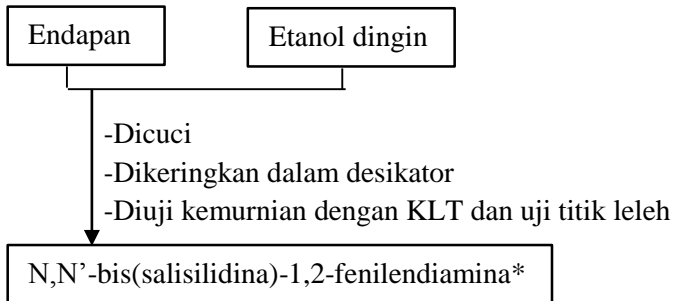
**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## LAMPIRAN

### LAMPIRAN A

Prosedur sintesis ligan (N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina)

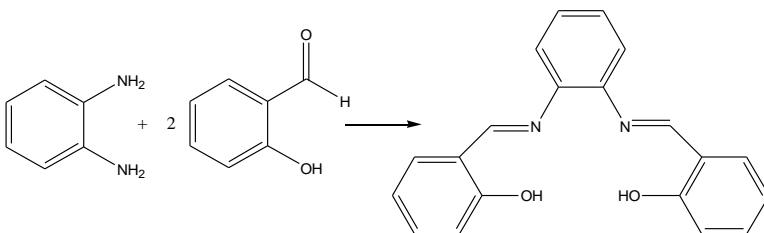




\*Identifikasi struktur dilakukan dengan spektrometer  $^1\text{H}$ -NMR dan IR

Perhitungan rendemen ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina

Persamaan Reaksi



M: 0,002 mol      0,004 mol

R: 0,002              0,004                      0,002

A:        -                      -                      0,002

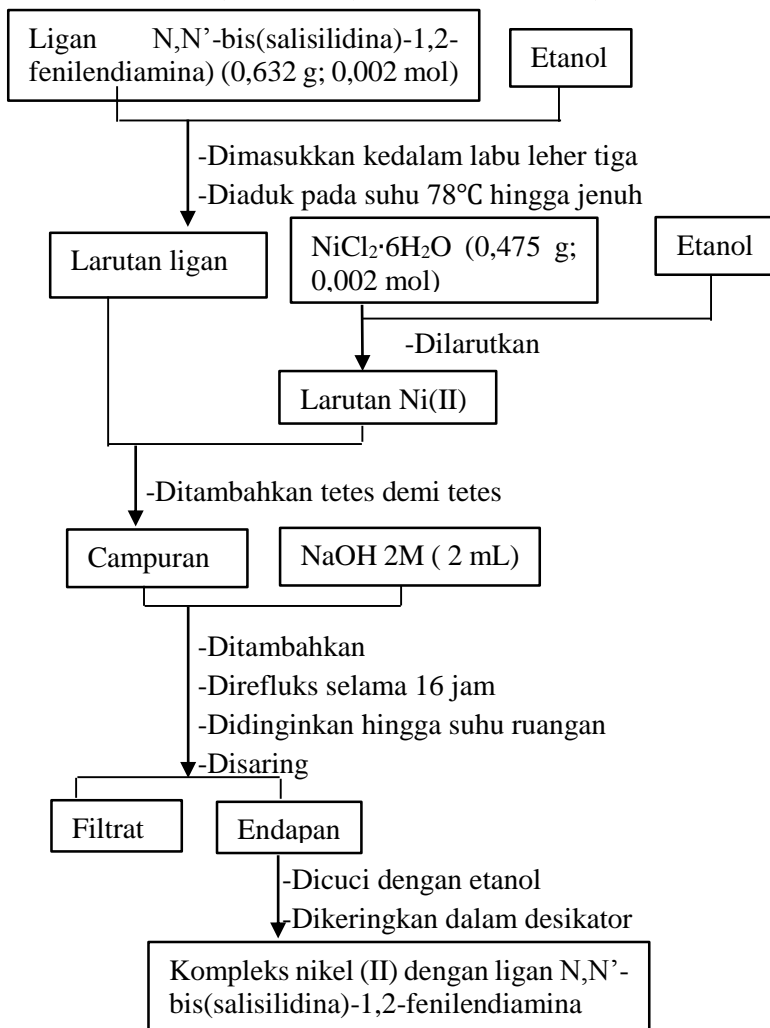
Massa Teoritis = mol ligan x Mr ligan  
 = 0,002 mol x 316,36172  
 = 0,6327 g

Massa hasil percobaan = 0,4289 g

%Rendemen =  $\frac{\text{massa hasil percobaan}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$   
 =  $\frac{0,4289}{0,6327} \times 100\%$   
 = 67,78%

## LAMPIRAN B

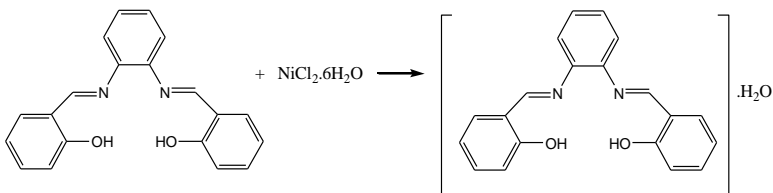
Prosedur sintesis kompleks nikel(II) dengan ligan (N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina)





Perhitungan rendemen kompleks Ni(II) dengan ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina

Persamaan Reaksi:



M:	0,002 mol	0,002 mol	
R:	0,002	0,002	0,002
<hr/>			
A:	-	-	0,002

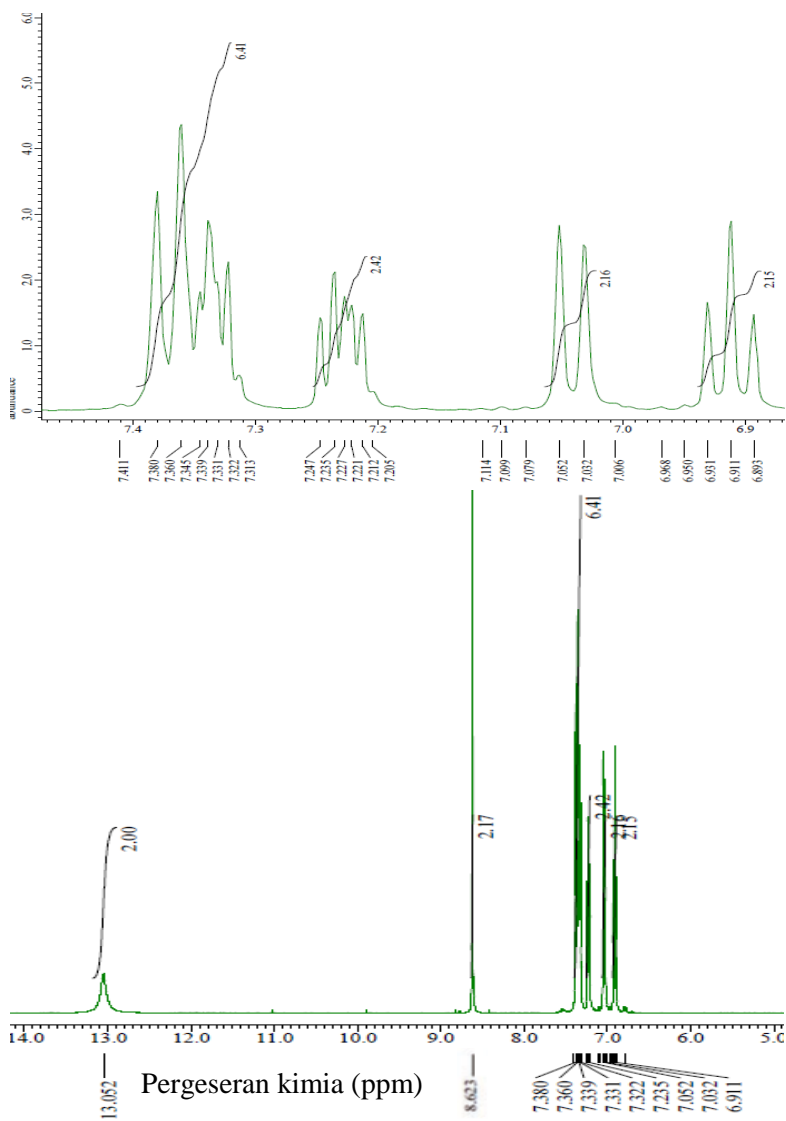
$$\begin{aligned} \text{Massa teoritis} &= \text{mol kompleks} \times \text{Mr} \\ &= 0,002 \text{ mol} \times 391,054 \\ &= 0,7822 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{Massa hasil percobaan} = 0,5062 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \% \text{Rendemen} &= \frac{\text{massa hasil percobaan}}{\text{massa teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,5062}{0,7822} \times 100\% \\ &= 64,71\% \end{aligned}$$

## LAMPIRAN C

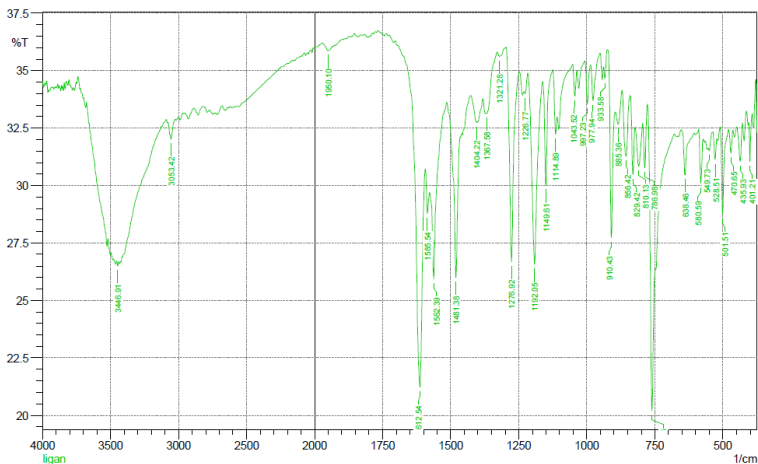
### HASIL $^1\text{H}$ -NMR LIGAN HASIL SINTESIS



## LAMPIRAN D

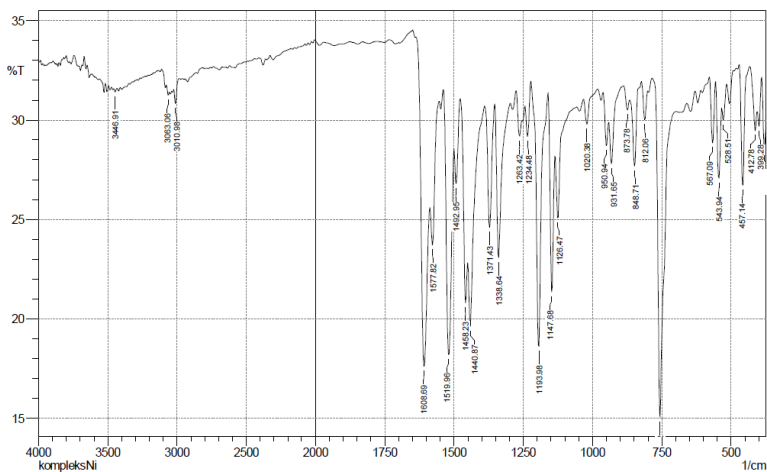
### SPEKTRA FTIR LIGAN DAN KOMPLEKS HASIL SINTESIS

#### 1. Spektra ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	401.21	31.039	1.825	405.06	391.56	6.626	0.115
2	435.93	31.06	1.595	449.43	428.21	10.535	0.214
3	470.65	31.405	1.036	478.36	462.93	7.65	0.105
4	501.51	28.748	3.772	511.15	478.36	16.552	0.546
5	529.51	31.117	1.036	536.23	522.73	6.748	0.099
6	549.73	31.511	0.272	553.59	536.23	9.602	0.005
7	580.59	30.097	2.147	598.31	572.88	7.809	0.223
8	638.46	30.456	1.921	653.89	605.67	23.997	0.362
9	759.98	20.192	13.123	777.34	680.89	51.895	5.287
10	786.98	30.758	2.336	794.7	777.34	8.569	0.242
11	810.13	30.833	1.791	821.7	794.7	13.499	0.367
12	829.42	30.468	2.625	840.99	821.7	9.523	0.291
13	856.42	31.264	2.774	869.92	840.99	14.077	0.532
14	885.36	32.655	0.915	895	869.92	12.011	0.159
15	910.43	27.718	6.935	923.93	895	14.333	0.974
16	933.58	34.647	0.794	939.36	923.93	6.994	0.06
17	977.94	33.689	1.678	985.66	950.94	15.884	0.274
18	997.23	33.536	1.814	1006.88	985.66	9.781	0.197
19	1043.52	33.881	1.239	1053.17	1035.81	8.005	0.119
20	1114.89	32.225	1.538	1124.54	1109.11	7.374	0.145
21	1149.61	30.009	4.69	1163.11	1124.54	18.363	0.666
22	1192.05	26.558	8.164	1217.12	1163.11	27.281	2.46
23	1226.77	33.988	0.329	1230.63	1217.12	6.273	0.031
24	1276.92	26.678	8.917	1296.21	1247.99	23.783	2.084
25	1321.28	35.624	0.239	1329	1296.21	14.632	0.051
26	1367.58	33.137	0.134	1369.5	1329	18.688	0.058
27	1404.22	32.751	0.106	1427.37	1402.3	11.971	0.008
28	1481.38	25.991	6.611	1514.17	1465.95	24.798	1.493
29	1562.39	25.927	4.718	1577.82	1514.17	32.754	0.904
30	1585.54	28.774	1.444	1593.25	1577.82	8.173	0.152
31	1612.54	21.214	10.505	1703.2	1593.25	55.462	3.108
32	1960.1	35.864	0.232	1971.32	1936.6	15.406	0.049
34	3446.91	26.502	0.198	3454.62	3441.12	7.767	0.024

## 2. Spektra kompleks nikel(II) dengan ligan N,N'-bis(salisilidina)-1,2-fenilendiamina



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	379.99	28.429	2.15	389.63	374.2	8.153	0.242
2	399.28	29.675	1.446	405.06	391.56	6.956	0.153
3	412.78	29.466	1.467	432.07	406.99	12.797	0.203
4	457.14	26.729	6.024	470.65	434	18.916	1.141
5	528.51	29.993	0.794	532.37	516.94	7.908	0.103
6	543.94	27.072	4.138	555.52	534.3	11.426	0.694
7	567.09	28.843	3.169	578.66	557.45	11.001	0.505
8	756.12	15.063	16.479	785.05	696.25	50.783	6.918
9	812.06	30.007	1.64	821.7	802.41	9.889	0.244
10	848.71	27.681	3.672	866.07	835.21	16.252	0.697
11	873.78	30.506	0.763	887.28	866.07	10.801	0.117
12	931.65	27.799	2.421	941.29	889.21	26.953	0.417
13	950.94	28.715	1.791	960.58	943.22	9.195	0.242
14	1020.38	29.79	1.374	1031.95	983.73	24.603	0.28
15	1126.47	25.08	3.281	1134.18	1058.96	40.171	0.539
16	1147.68	21.359	8.269	1159.26	1136.11	13.926	1.646
17	1193.98	18.618	13.07	1222.91	1161.19	35.001	4.171
18	1234.48	29.175	1.958	1242.2	1224.84	9.043	0.276
19	1263.42	29.189	1.388	1274.99	1255.7	10.12	0.212
20	1338.64	23.084	7.673	1352.14	1298.14	29.972	2.34
21	1371.43	24.6	6.15	1388.79	1354.07	19.237	1.457
22	1440.87	19.606	4.489	1450.52	1390.72	34.84	0.953
23	1458.23	20.789	3.757	1477.52	1452.45	15.125	0.64
24	1492.95	26.796	2.327	1498.74	1479.45	10.547	0.394
25	1519.96	18.2	11.877	1537.32	1500.67	23.277	4.057
26	1577.82	23.716	3.124	1585.54	1554.68	17.396	0.551
27	1608.69	17.606	11.626	1637.62	1587.47	30.786	4.212
28	3010.98	30.814	0.918	3024.48	2985.91	19.369	0.18
29	3063.06	31.258	0.274	3076.56	3055.35	10.664	0.043
30	3446.91	31.419	0.165	3456.55	3433.41	11.611	0.025

## LAMPIRAN E

### PERHITUNGAN KADAR LOGAM DALAM KOMPLEKS HASIL SINTESIS

#### F.1 Perhitungan % Ni Prediksi Rumus Molekul Kompleks

##### 1. [Ni(salofen)]

$$\% \text{ Ni} = \frac{58,6934}{373,03918} \times 100\% = 15,73\%$$

##### 2. [Ni(salofen)]·H<sub>2</sub>O

$$\% \text{ Ni} = \frac{58,69}{391,054} \times 100\% = 15,01\%$$

##### 3. [Ni(L)(Cl)<sub>2</sub>]·H<sub>2</sub>O

$$\% \text{ Ni} = \frac{58,69}{461,91452} \times 100\% = 12,73\%$$

##### 4. [Ni(L)(Cl<sub>2</sub>)(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>]·H<sub>2</sub>O

$$\% \text{ Ni} = \frac{58,6934}{497,9452} \times 100\% = 11,79\%$$

#### F.2 Perhitungan % Ni Hasil AAS

-Pembuatan larutan standar Ni

$$\text{Mr NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 237,6911 \text{ g/mol}$$

- a. Konsentrasi larutan standar= 100 ppm = 100mg/L  
= 100mg/1000mL  
= 10 mg/ 100 mL  
0,01 gram/ 100 mL

- b. Massa NiCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O =  $\frac{\text{Mr NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Ni}} \times 0,01 \text{ gram}$   
=  $\frac{237,6911}{58,6934} \times 0,01 \text{ gram}$   
= 0,0404 g/100 mL

c. Pengenceran larutan standar 100 mg/L menjadi konsentrasi 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm

- Konsentrasi 2 ppm  $\rightarrow M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 2 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,2 \text{ mL}$$

- Konsentrasi 4 ppm  $\rightarrow M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 4 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,4 \text{ mL}$$

- Konsentrasi 6 ppm  $\rightarrow M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 6 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,6 \text{ mL}$$

- Konsentrasi 8 ppm  $\rightarrow M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 8 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,8 \text{ mL}$$

- Konsentrasi 10 ppm  $\rightarrow M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

-Pembuatan larutan cuplikan senyawa kompleks dengan konsentrasi 20 ppm

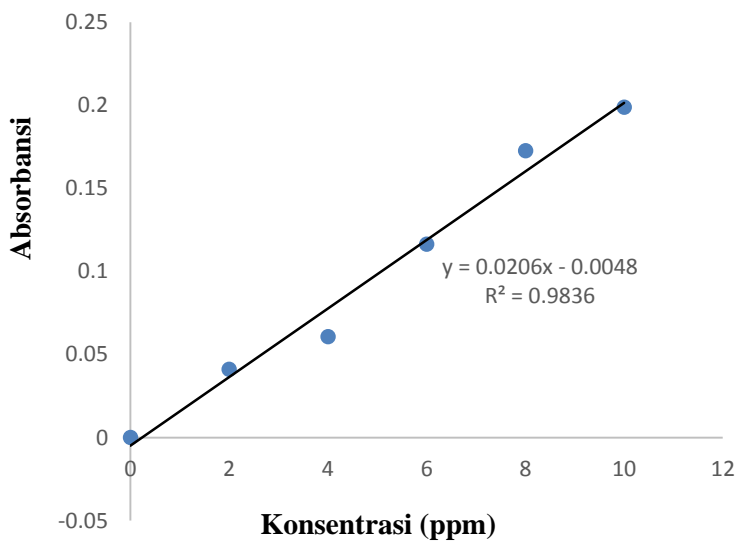
$$\text{Konsentrasi larutan cuplikan} = 20 \text{ ppm} = 20 \text{ mg/L}$$

$$= 20 \text{ mg}/1000 \text{ mL}$$

$$= 0,002 \text{ g}/100 \text{ mL}$$

Tabel E.1 Data absorbansi Ni dalam larutan standar

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0,0001
2	0,0411
4	0,0609
6	0,1165
8	0,1727
10	0,1989



Gambar E.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar

Tabel E.2 Data absorbansi Ni dalam larutan sampel (kompleks)

Cuplikan	Absorbansi	Konsentrasi terbaca AAS (ppm)
Sampel	0,0785	4,1507

Konsentrasi yang terbaca pada alat adalah 4,1507 ppm dengan absorbansi 0,0785 dan Ar Ni= 58,6934 g/mol

-Perhitungan kadar (%) ion logam Ni(II) dalam senyawa kompleks:

$$y = ax + b$$

$$y = 0,0206x - 0,0048$$

Konsentrasi sampel

$$Y = 0,0206x - 0,0048$$

$$0,0785 = 0,0206x - 0,0048$$

$$4,044 = x$$

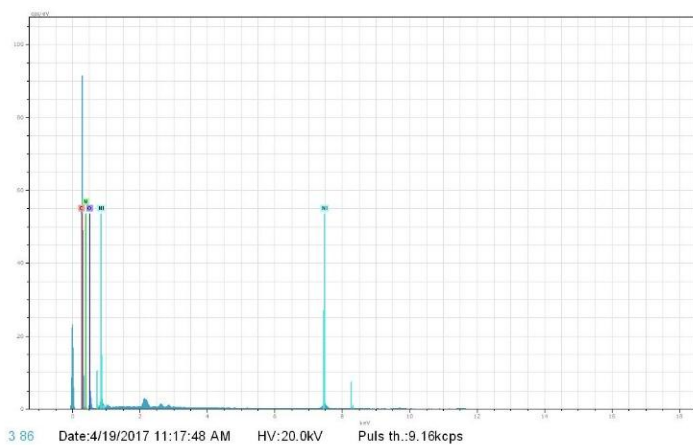
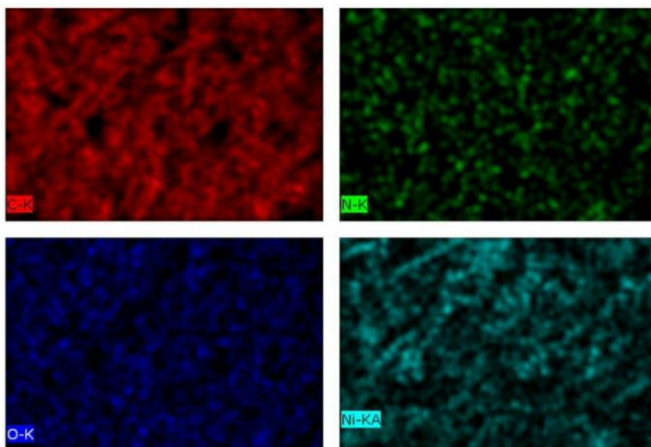
$$\begin{aligned} \text{Massa sampel terukur} &= \frac{4,1507 \times 390,9 \times 0,1}{58,6934} \\ &= 2,76 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar (\%)} \text{ Ni dalam sampel} &= \frac{4,044 \times 0,1}{2,76} \times 100\% \\ &= 14,65\% \end{aligned}$$



## LAMPIRAN F

### HASIL SEM-EDX KOMPLEKS HASIL SINTESIS



El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
C	6	K-series	61.08	61.08	69.12	18.8
O	8	K-series	28.34	28.34	24.08	9.2
N	7	K-series	5.88	5.88	5.71	2.4
Ni	28	K-series	4.69	4.69	1.09	0.2
Total:			100.00	100.00	100.00	

4/19/2017

Perhitungan Berdasarkan Hasil SEM-EDX:

$$\% \text{Unsur} = \frac{N_{\text{unsur}}}{N_{\text{total unsur}}} \times 100\%$$

$$N_{\text{total unsur}} = \text{C} + \text{O} + \text{N} + \text{Ni} = 20 + 3 + 2 + 1 = 26$$

$$\% \text{C} = \frac{N_{\text{unsur}}}{N_{\text{total unsur}}} \times 100\%$$

$$69,12\% = \frac{N_{\text{unsur}}}{26} \times 100\%$$

$$N_{\text{unsur}} \text{C} = 17,97\%$$

$$\% \text{O} = \frac{N_{\text{unsur}}}{N_{\text{total unsur}}} \times 100\%$$

$$24,08\% = \frac{N_{\text{unsur}}}{26} \times 100\%$$

$$N_{\text{unsur}} \text{O} = 6,26\%$$

$$\% \text{N} = \frac{N_{\text{unsur}}}{N_{\text{total unsur}}} \times 100\%$$

$$5,71\% = \frac{N_{unsur}}{26} \times 100\%$$

$$N_{unsur}N = 1,48\%$$

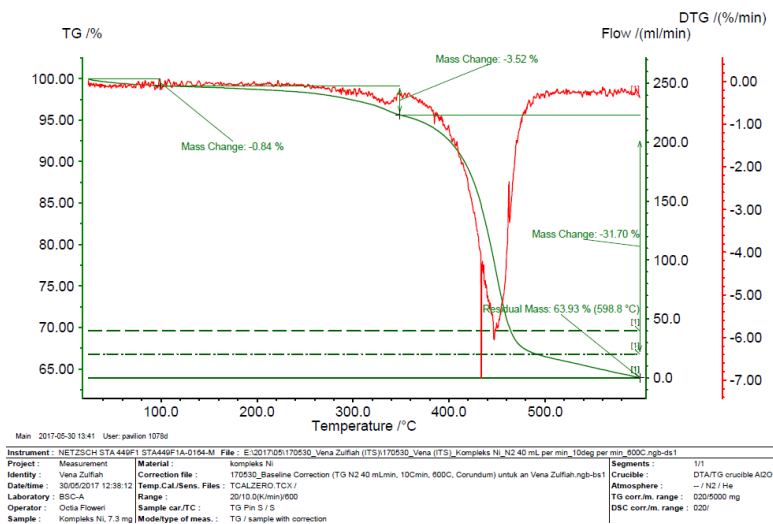
$$\%Ni = \frac{N_{unsur}}{N_{total\ unsur}} \times 100\%$$

$$1,09\% = \frac{N_{unsur}}{26} \times 100\%$$

$$N_{unsur}Ni = 0,28\%$$

## LAMPIRAN G

### HASIL DTA/TG SENYAWA KOMPLEKS

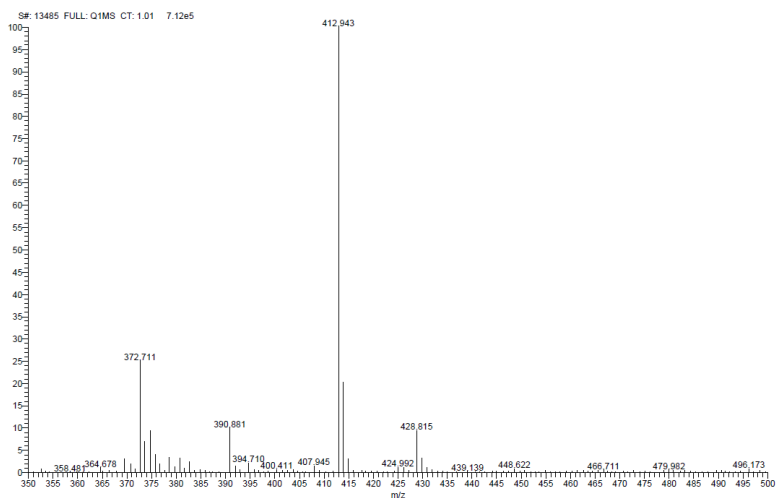


Tabel G.1 Tahap dekomposisi senyawa kompleks

No	Suhu (°C)	Persentase penurunan (%)
1	70-105	0,84
2	250-360	3,52
3	367-460	31,70

## LAMPIRAN H

### SPEKTRA MASSA KOMPLEKS NIKEL(II) DENGAN LIGAN SALOFEN



## LAMPIRAN I

### UJI TOKSISITAS BRINE SHRIMP LETHALITY TEST (BSLT)

Konsentrasi (ppm)	Log konsentrasi	Larutan ligan		Larutan kompleks		% Kematian	
		Mati	Hidup	Mati	Hidup	Ligan	Kompleks
0	0	0	11	0	10	0	0
		0	10	0	10		
		0	11	0	10		
62,5	1,79588	3	8	1	9	25	3,22581
		3	8	0	10		
		2	8	0	11		
125	2,09691	3	7	0	10	35,48387	16,66667
		4	6	3	7		
		4	7	3	7		
250	2,39794	8	2	3	7	74,19355	33,33333
		7	3	4	6		
		8	3	3	7		
500	2,69897	10	0	5	5	100	63,3333
		10	0	7	3		
		11	0	7	3		
1000	3	11	0	11	0	100	100
		11	0	11	0		
		10	0	11	0		

## **BIODATA PENULIS**



Penulis bernama Vena Zulfiah akrab dipanggil Vena, dilahirkan di Gresik pada tanggal 15 September 1995. Penulis bertempat tinggal di Wadak Kidul RT. 04/RW. 01, Kecamatan Duduk Sampeyan, Kabupaten Gresik. Penulis telah menempuh pendidikan di MI Infarul Ghoyyi, MTs Al Mukarromin, SMAN 1 Gresik, kemudian melanjutkan ke Institut Teknologi Sepuluh Nopember mengambil Jurusan Kimia. Penulis pernah aktif dalam organisasi dan pelatihan. Penulis pernah menjabat sebagai staf Internal Affair HIMKA 2014/2015, pernah mengikuti latihan keterampilan mahasiswa dan lolos pendanaan PKM dalam bidang Karsa Cipta satu kali. Penulis pernah melaksanakan On The Job Training di PT. Sinar Sosro KPB Mojokerto. Penulis dapat dihubungi di 085706855319 atau venazulfiah@gmail.com.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**